This is a digital copy of a book that was preserved for generations on library shelves before it was carefully scanned by Google as part of a project to make the world's books discoverable online.

It has survived long enough for the copyright to expire and the book to enter the public domain. A public domain book is one that was never subject to copyright or whose legal copyright term has expired. Whether a book is in the public domain may vary country to country. Public domain books are our gateways to the past, representing a wealth of history, culture and knowledge that's often difficult to discover.

Marks, notations and other marginalia present in the original volume will appear in this file - a reminder of this book's long journey from the publisher to a library and finally to you.

Usage guidelines

Google is proud to partner with libraries to digitize public domain materials and make them widely accessible. Public domain books belong to the public and we are merely their custodians. Nevertheless, this work is expensive, so in order to keep providing this resource, we have taken steps to prevent abuse by commercial parties, including placing technical restrictions on automated querying.

We also ask that you:

+ *Make non-commercial use of the files* We designed Google Book Search for use by individuals, and we request that you use these files for personal, non-commercial purposes.

+ *Refrain from automated querying* Do not send automated queries of any sort to Google's system: If you are conducting research on machine translation, optical character recognition or other areas where access to a large amount of text is helpful, please contact us. We encourage the use of public domain materials for these purposes and may be able to help.

+ *Maintain attribution* The Google "watermark" you see on each file is essential for informing people about this project and helping them find additional materials through Google Book Search. Please do not remove it.

+ *Keep it legal* Whatever your use, remember that you are responsible for ensuring that what you are doing is legal. Do not assume that just because we believe a book is in the public domain for users in the United States, that the work is also in the public domain for users in other countries. Whether a book is still in copyright varies from country to country, and we can't offer guidance on whether any specific use of any specific book is allowed. Please do not assume that a book's appearance in Google Book Search means it can be used in any manner anywhere in the world. Copyright infringement liability can be quite severe.

About Google Book Search

Google's mission is to organize the world's information and to make it universally accessible and useful. Google Book Search helps readers discover the world's books while helping authors and publishers reach new audiences. You can search through the full text of this book on the web at `http://books.google.com/`

Über dieses Buch

Dies ist ein digitales Exemplar eines Buches, das seit Generationen in den Regalen der Bibliotheken aufbewahrt wurde, bevor es von Google im Rahmen eines Projekts, mit dem die Bücher dieser Welt online verfügbar gemacht werden sollen, sorgfältig gescannt wurde.

Das Buch hat das Urheberrecht überdauert und kann nun öffentlich zugänglich gemacht werden. Ein öffentlich zugängliches Buch ist ein Buch, das niemals Urheberrechten unterlag oder bei dem die Schutzfrist des Urheberrechts abgelaufen ist. Ob ein Buch öffentlich zugänglich ist, kann von Land zu Land unterschiedlich sein. Öffentlich zugängliche Bücher sind unser Tor zur Vergangenheit und stellen ein geschichtliches, kulturelles und wissenschaftliches Vermögen dar, das häufig nur schwierig zu entdecken ist.

Gebrauchsspuren, Anmerkungen und andere Randbemerkungen, die im Originalband enthalten sind, finden sich auch in dieser Datei – eine Erinnerung an die lange Reise, die das Buch vom Verleger zu einer Bibliothek und weiter zu Ihnen hinter sich gebracht hat.

Nutzungsrichtlinien

Google ist stolz, mit Bibliotheken in partnerschaftlicher Zusammenarbeit öffentlich zugängliches Material zu digitalisieren und einer breiten Masse zugänglich zu machen. Öffentlich zugängliche Bücher gehören der Öffentlichkeit, und wir sind nur ihre Hüter. Nichtsdestotrotz ist diese Arbeit kostspielig. Um diese Ressource weiterhin zur Verfügung stellen zu können, haben wir Schritte unternommen, um den Missbrauch durch kommerzielle Parteien zu verhindern. Dazu gehören technische Einschränkungen für automatisierte Abfragen.

Wir bitten Sie um Einhaltung folgender Richtlinien:

+ *Nutzung der Dateien zu nichtkommerziellen Zwecken* Wir haben Google Buchsuche für Endanwender konzipiert und möchten, dass Sie diese Dateien nur für persönliche, nichtkommerzielle Zwecke verwenden.

+ *Keine automatisierten Abfragen* Senden Sie keine automatisierten Abfragen irgendwelcher Art an das Google-System. Wenn Sie Recherchen über maschinelle Übersetzung, optische Zeichenerkennung oder andere Bereiche durchführen, in denen der Zugang zu Text in großen Mengen nützlich ist, wenden Sie sich bitte an uns. Wir fördern die Nutzung des öffentlich zugänglichen Materials für diese Zwecke und können Ihnen unter Umständen helfen.

+ *Beibehaltung von Google-Markenelementen* Das "Wasserzeichen" von Google, das Sie in jeder Datei finden, ist wichtig zur Information über dieses Projekt und hilft den Anwendern weiteres Material über Google Buchsuche zu finden. Bitte entfernen Sie das Wasserzeichen nicht.

+ *Bewegen Sie sich innerhalb der Legalität* Unabhängig von Ihrem Verwendungszweck müssen Sie sich Ihrer Verantwortung bewusst sein, sicherzustellen, dass Ihre Nutzung legal ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass ein Buch, das nach unserem Dafürhalten für Nutzer in den USA öffentlich zugänglich ist, auch für Nutzer in anderen Ländern öffentlich zugänglich ist. Ob ein Buch noch dem Urheberrecht unterliegt, ist von Land zu Land verschieden. Wir können keine Beratung leisten, ob eine bestimmte Nutzung eines bestimmten Buches gesetzlich zulässig ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass das Erscheinen eines Buchs in Google Buchsuche bedeutet, dass es in jeder Form und überall auf der Welt verwendet werden kann. Eine Urheberrechtsverletzung kann schwerwiegende Folgen haben.

Über Google Buchsuche

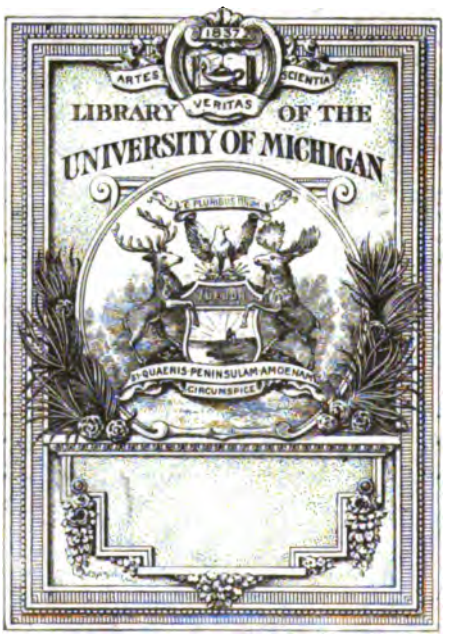
Das Ziel von Google besteht darin, die weltweiten Informationen zu organisieren und allgemein nutzbar und zugänglich zu machen. Google Buchsuche hilft Lesern dabei, die Bücher dieser Welt zu entdecken, und unterstützt Autoren und Verleger dabei, neue Zielgruppen zu erreichen. Den gesamten Buchtext können Sie im Internet unter `http://books.google.com` durchsuchen.

B 454498

Dr. P. Herrmann

Verlustbestimmung ⊡ und Betriebskontrolle.

Schallehn & Wollbrück
Magdeburg.



THE GIFT OF
A. A. Public Lib.

Chemical Library
TP
377
.H568

Verlustbestimmung und Betriebskontrolle der Zuckerfabrikation.

Von **Dr. Paul Herrmann**
Chemiker und Betriebs-Assistent
der Zuckerfabrik Dormagen.

Nebst einem Vorwort von **Dr. H. Claassen.**

Mit 72 Abbildungen.

MAGDEBURG und WIEN. 1905.
SCHALLEHN & WOLLBRÜCK.

Vorwort.

Die Betriebskontrolle, besonders die Bestimmung der Verluste der Rübenzuckerfabrikation ist eine der schwierigsten Aufgaben für den Chemiker. Kaum eine andere Industrie stellt an die geistige und körperliche Kraft des Chemikers, der seine Arbeit ernst auffasst, so viele Ansprüche wie die Zuckerindustrie während der Kampagne. Der Betrieb und die Kontrolle desselben bieten in jedem Jahre neue Schwierigkeiten und rätselhafte Erscheinungen, deren Aufklärung durch die Menge noch unbekannter Stoffe in den Rüben und Säften und durch die Unsicherheit und ungenügende Ausbildung der Probenahme und der Untersuchungsmethoden sehr erschwert wird, abgesehen davon, dass es auch vielfach an der nötigen Zeit für solche Untersuchungen fehlt. Für einen neu in die Industrie eintretenden Chemiker sind diese Schwierigkeiten so gross, dass seine Leistungen für den Betrieb anfangs gleich Null sind. Es gehört also eine lange Erfahrung dazu, damit die chemische Leitung wirklich den Betrieb beherrscht. In jeder Fabrik, deren Betrieb wissenschaftlich geleitet wird, ist nun eine bestimmte Art der Betriebskontrolle im Laufe der Jahre ausgebildet und diese, bald mehr, bald weniger vollkommen, muss dem jüngeren

288238

Chemiker die Grundlage bilden, auf welcher er sich allmählich in das Wesen der Betriebskontrolle einarbeiten kann.

Als ich vor nunmehr 20 Jahren zur Leitung von Zuckerfabriken berufen wurde, war mein erstes Bestreben, die Betriebskontrolle und die Verlustbestimmung streng wissenschaftlich und wahrheitsgetreu durchzuführen ohne Rücksicht darauf, dass die Ergebnisse häufig nicht zu erklären waren, und ohne Rücksicht darauf, dass die Betriebsresultate, scheinbar wenigstens, vielfach schlechter waren als diejenigen anderer Fabriken. Nur auf diese Weise konnte ich hoffen, zu ermitteln, nicht nur wo Fehler im Betriebe gemacht wurden, sondern auch wo die allgemein eingeführten Untersuchungsmethoden oder die Art der Probenahme fehlerhaft waren. In der langen Reihe von Jahren, die diesen Arbeiten gewidmet waren, hatte ich das Glück, stets intelligente, zuverlässige und nie ermüdende Mitarbeiter zu haben. So ist denn hier in Dormagen eine Betriebskontrolle in Übung, welche alljährlich auf Grund eingehender Arbeiten und Versuche verbessert wurde und in Zukunft noch verbessert werden wird.

Um diese Arbeiten auch weiteren Kreisen zugänglich zu machen, veranlasste ich Herrn Dr. P. Herrmann, der seit einigen Jahren die chemische Betriebsleitung in der hiesigen Fabrik inne hat, seine hier gesammelten Kenntnisse und Erfahrungen in einem Werke niederzulegen und sie durch Benutzung der Litteratur zu begründen und zu erweitern. Manches in dem Buche berührt Punkte, welche heute noch viel umstritten sind; die Zukunft wird lehren, wer mit seinen Ansichten auf dem richtigen Wege ist. Diesen Weg zu bahnen, ist eine Aufgabe, welche sich der Verfasser gestellt

hat; der Hauptzweck des Buches ist aber, den Chemikern der Zuckerindustrie, jüngeren und älteren, ein Handbuch zu geben, in welchem auf Grund der langjährigen Erfahrungen, die in einer Fabrik gesammelt sind, die Betriebskontrolle den praktischen Bedürfnissen angepasst und mit wissenschaftlicher Begründung behandelt wird.

Dormagen, im August 1905.

Dr. H. Claassen.

Inhalt-Verzeichnis.

Vorwort. Seite

Einleitung 1

I. Allgemeiner Teil. Die bestimmten und unbestimmten Verluste im Verlauf der Fabrikation 5

A. Geschichtliche Entwicklung der Verlustfrage 7
Ergebnisse Scheiblers (1874) 8
Entwicklung verbesserter Untersuchungsmethoden 9
Verlustzahlen nach Bodenbender (1886) und Claassen (1890/92) 12
Bericht Weisbergs an den I. Internationalen Chemiker-Kongress (1894) und dessen Beschlüsse 14
Arbeiten von Fr. Sachs; die gegenseitige Kontrolle belgischer und holländischer Fabriken 17
Gegenseitige Kontrolle russischer und französischer Fabriken . . 26
Arbeiten von H. Pellet 27
Neueste Erörterungen über die Höhe der Verluste 49

B. Die Zuckerverluste nach dem gegenwärtigen Stande der Wissenschaft 52
1. Einleitender Überblick 52
2. Die Verluste in der Diffusion 55
a) Menge des eingeführten Zuckers 55
Allgemeines 55
Gewicht der Rüben 57
Zuckergehalt der Rübe 59
Durchschnittsproben 59
Die Methoden der Rüben- und Schnitzeluntersuchung . 61
Untersuchungsergebnis 67
b) Menge des im Diffusionssaft gewonnenen Zuckers 68
c) Bestimmbare Diffusionsverluste 72
Verluste in den ausgelaugten Schnitzeln 72
Verluste durch das Ablaufwasser 77
d) Gibt es unbestimmbare Verluste in der Diffusion? . . . 78
Betriebsergebnisse über Diffusionsverluste 79
Ergebnisse besonderer Versuche 87
Folgerungen 89
Scheinbare Verluste und Gewinne 90
Polarisationsverluste 93
Zuckerzerstörung durch Inversion 97

Seite

e) Sind die Mikroorganismen die Ursachen von unbestimmbaren Diffusionsverlusten? 101
f) Die Rolle der Enzyme 120
g) Zusammenfassung 125
3. Verluste von der Diffusion bis zu den Endprodukten (während der Saftverarbeitung) 126
a) Vorwärmung des Rohsaftes 126
b) Scheidung und Saturation 129
Gibt es unbestimmbare Verluste durch die Wirkung des Kalkes? 131
Schlammpressen-Arbeit 138
Filtration 141
c) Verluste beim Anwärmen, Verdampfen und Verkochen . . 143
Chemische Verluste durch den Einfluss der Temperatur . 143
Verluste durch Wirkung von Mikroorganismen 163
Mechanische Verluste 166
d) Bestimmung der gewonnenen Produkte 168
e) Verluste bei der Nachproduktenarbeit 172
4. Schlussfolgerungen 176

II. Spezieller Teil. Praktische Verlustbestimmung und Betriebskontrolle 181

A. Allgemeine Vorschriften 186
Häufigkeit der Probenahme 187
Einzel- und Durchschnittsproben 188
Konservierung und Aufbewahrung der Proben 189
Kontrolle der Probenahme 191

B. Diffusion 194
1. Eingeführter Zucker 194
a) Gewichtbestimmung der Rüben 194
b) Probenahme, Aufbewahrung und Vorbereitung der frischen Schnitzel oder der Rüben 195
Zerkleinerungsvorrichtungen 201
α) Zerkleinerung von Schnitzeln 201
β) Zerkleinerung von Rüben 205
c) Untersuchungsmethoden 211
Alkoholische Extraktion 211
Heisse wässrige Digestion 216
Kalte wässrige Digestion 219
α) Methode von Pellet 219
β) Verfahren von Sachs und Le Docte 219
γ) Verfahren nach Fr. Krüger 222
δ) Methode von Plahn 225
Heisse alkoholische Digestion 227
d) Allgemeine Vorschriften für die Polarisation 229
e) Reinheit der Rübe 238
f) Invertzucker 244

Seite

2. Gewonnener Zucker 247
a) Messung des Saftes 247
b) Probenahme und Aufbewahrung des Diffusionssaftes . . . 259
c) Untersuchung 266
Spezifisches Gewicht 266
Zucker 266
Reinheitsquotient 270
Säure 271
Invertzucker 272
Aschenbestimmung 274
Veraschungsvorrichtungen 275
3. Verluste 281
a) Ausgelaugte Schnitzel und Presslinge, Trockenschnitzel . 281
Menge 281
Probenahme 281
Untersuchung 282
b) Ablaufwässer (Druck- oder Ausschiesswasser, Spülwasser, Presswasser) 284
Menge 284
Probenahme 285
Untersuchung 290
4. Zusammenstellung der Resultate der Diffusionskontrolle . . . 292

C. Scheidung, Saturation und Filtration 294

1. Scheidung 294
2. Saturation 296
a) Alkalitätsbestimmung 296
Probenahme 296
Untersuchung 303
b) Saturationsgas 307
Probenahme 307
Untersuchung 307
Ausnutzung 312
c) Bestimmung von Polarisationsverlusten 314
3. Filtration 315
a) Scheideschlamm 315
Menge und Probenahme 315
Untersuchung 319
Zuckergehalt 320
Trockensubstanz 321
Spezifisches Gewicht von Schlammbrei 322
Berechnung der Verluste im Schlamm 323
b) Dünnsaft 323
Probenahme 323
Untersuchung 325

Seite

Scheinbare Reinheit 325
Alkalität 325
Kalkbestimmung 326
Wasser 328
Asche 329
Invertzucker 329

D. Verdampfung und Verkochung, Zuckerhausarbeit 330
1. Dicksaft 330
a) Probenahme 330
b) Untersuchung 335
Scheinbare Reinheit 335
Wasserbestimmung 335
Trockenvorrichtungen 337
Inversionspolarisation 345
Wahre Reinheit 347
Asche 348
Organischer Nichtzucker 348
Alkalität 349
Kalk 349
Invertzuckerbestimmung 349
Gewichtanalytische Bestimmung 349
Massanalytische Methoden 352
2. Brüden- und Kondenswässer 357
3. Fallwasser 361
4. Füllmasse I 363
a) Mengenverhältnisse 363
b) Probenahme 365
c) Untersuchung 366
d) Zusammensetzung der reinen Dicksaftfüllmasse 367
e) Kontrolle des Kochprozesses; Verkochungs-Kontrollapparate 369
f) Kontrolle des Kristallisationsprozesses in den Sudmaischen 377
Probenahme der Muttersirupe 377
Wahre und scheinbare Reinheit in der Zuckerhausarbeit . 382
Bestimmung der scheinbaren Reinheit nach der Verdünnungsmethode 385
5. Zucker 386
a) Gewicht 386
b) Probenahme 387
c) Untersuchung 390
Polarisation 390
Inversionspolarisation 391
Wasser 391
Asche 391
Rendement 392
Alkalität 392
Invertzucker 393

Seite

6. Ablaufsirup 394
7. Nachprodukt-Füllmasse 397
   a) Menge 397
   b) Probenahme 398
   c) Untersuchung 399
      Polarisation 400
      Wasser 400
      Kalk 400
   d) Kontrolle der Kristallisatoren (oder Kästen) 401
8. Beispiel der Bestimmung der Endprodukte für die Verlustberechnung 402
   a) Bei Verkochung der Füllmasse II ohne Einwurf 402
   b) Bei Verkochung der Füllmasse II mit Einwurf 404
9. Nachproduktzucker und Abläufe vom Nachprodukt 405
10. Melasse 406
   a) Menge 406
   b) Probenahme 407
   c) Untersuchung 408
      Polarisation 409
      Asche 409
      Kalk 409
      Spezifisches Gewicht 409
      Invertzucker 413
11. Verwertung der Untersuchungsergebnisse der Zuckerhausarbeit 413

E. Ausbeute- und Verlustberechnungen, Untersuchungspläne . . 418
Beispiel einer Verlustberechnung 418
Verlustberechnung nach Aufarbeitung aller Produkte 419
Ausbeuteberechnung einer Woche 419
Untersuchungspläne 420
   Kontrolle in Tag- und Nachtschichten 420
   Kontrolle nur in Tagschichten 421
   Verteilung der Arbeiten des Laboratoriums 425
Laboratoriums-Buchführung 425

III. Schluss. Vorschläge für die einheitliche Ausführung vergleichender Untersuchungen und Verlustbestimmungen 427

Verzeichnis der für die Zeitschriften-Titel gebrauchten Abkürzungen.

Vereinszeitschr. = „Zeitschrift des Vereins der Deutschen Zuckerindustrie."

Centralblatt = „Centralblatt für die Zuckerindustrie."

D. Z. = „Die Deutsche Zucker-Industrie."

Korresp.-Bl. = „Korrespondenz-Blatt des Vereins akademisch-gebildeter Zuckertechniker."

Böhm. Zeitschr. = „Zeitschrift für Zuckerindustrie in Böhmen."

Östr. Zeitschr. = „Österreichisch-Ungarische Zeitschrift für Zuckerindustrie und Landwirtschaft."

Bull. de l'Assoc. = „Bulletin de l'Association des Chimistes de Sucrerie et de Distillerie."

Circ. Hebd. = „Circulaire hebdomadaire du Syndicat des Fabricants de Sucre."

Sucr. Belge = „Sucrerie Belge."

Einleitung.

Die chemische Betriebskontrolle in der Zuckerfabrikation hat ein doppeltes Ziel: einerseits die stetige Überwachung der wichtigsten Stationen des Betriebes, besonders der Diffusion, der Saturation und der Verkochung und Kristallisation in Bezug auf regelmässiges und rationelles Arbeiten, andererseits die genaue Bestimmung der Mengen des eingeführten, des in Verlust geratenden und des endgiltig gewonnenen Zuckers, zu dem Zweck, durch Vergleichung der eingeführten und der gewonnenen Zuckermengen die Menge des verloren gegangenen Zuckers zu bestimmen und so dem Fabrikanten die Grundlagen für die Beurteilung seines Betriebes zu geben, ihm zu sagen, ob sein Betrieb normal und zweckentsprechend arbeitet oder nicht, und ihm die rechnerischen Unterlagen zu verschaffen, auf denen er seine Fabrik-Buchführung aufbauen kann.

Diese beiden Ziele stehen in vielfacher Berührung miteinander, oder besser gesagt, die Betriebsüberwachung fällt unter die vollständige Verlustbestimmung, insofern, als die für die Verlustbestimmung notwendigen analytischen Arbeiten gleichzeitig eine fortgesetzte Kontrolle der Arbeit der einzelnen

Stationen ermöglichen. Eine vollständige Bestimmung der Zuckerverluste ist daher diejenige Art der chemischen Betriebskontrolle, welche allein dem Betriebsleiter die Mittel an die Hand gibt, die Mängel und Fehler seines Betriebes zu erkennen, auf deren Abhilfe zu sinnen und den Betrieb immer rationeller und ökonomischer zu gestalten; das vorliegende Werk kann sich daher im allgemeinen darauf beschränken, die Verlustbestimmung durch die chemische Betriebskontrolle zu behandeln.

Aber dazu bedarf es noch gewisser theoretischer Unterlagen. Die chemische Eigenart des zur Untersuchung kommenden Stoffes, des Zuckers, den in Substanz zu isolieren und von den begleitenden Verbindungen zu trennen bisher eine ungelöste Aufgabe der Analyse geblieben ist, bringt es mit sich, dass über die Beurteilung der Zuckerverluste während der Fabrikation bisher keine wissenschaftliche Einigung erfolgt ist. In der Frage der bestimmten und unbestimmten, der nachweisbaren und der nicht nachweisbaren Verluste tobt der Streit der Meinungen bis auf den heutigen Tag. Daher ist es notwendig, in der vorliegenden Arbeit zuerst einen kurzen Überblick über die geschichtliche Entwicklung dieser Fragen zu geben, um dem Betriebsleiter und dem den Betrieb überwachenden Chemiker einen Einblick in das Material zu verschaffen, das ihm die Mittel gewährt, sich ein Urteil in diesen strittigen Fragen zu bilden. Sodann soll versucht werden, den gegenwärtig herrschenden Standpunkt in der Verlustfrage an Hand der Arbeiten anerkannter Autoritäten und unter kritischer Beleuchtung abweichender Ansichten festzustellen.

Sind so in dem I. allgemeinen Teile die theoretischen Grundlagen gewonnen, die für die Verlustbestimmung in

Betracht kommen, so soll in dem II. speziellen Teile die praktische Ausführung der Verlustbestimmung erörtert werden. Diese Aufgabe begreift besonders in sich die Bestimmung der Mengen der einzelnen Produkte, die Beschreibung der Entnahme der Proben, ihrer Aufbewahrung, Vorbereitung zur Untersuchung und die Untersuchung nach den für den einzelnen Fall angebrachten analytischen Methoden. Als Schluss wird sich dann anschliessen die Zusammenstellung und Berechnung der Verluste aus den gewonnenen Zahlen, und es soll der Versuch gemacht werden, einen Plan für einheitliche Ausführung von Verlustbestimmungen zu vergleichenden Zwecken aufzustellen.

I. Allgemeiner Teil.

Die bestimmten und unbestimmten Verluste im Verlauf der Fabrikation.

I. Allgemeiner Teil.

A. Geschichtliche Entwicklung der Verlustfrage.

Seitdem Mitte der sechziger Jahre die Fabriken begannen, das Gewicht der Füllmassen und ihren Zuckergehalt festzustellen und die gewonnene Zuckermenge mit der Menge des eingeführten Zuckers zu vergleichen, traten hierbei sofort sehr auffällige Differenzen zu Tage, nämlich gelegentlich Überschüsse bis zu 0,6 %, meist aber Verluste, deren Quelle „nicht nachweisbar" war, in Höhe von 0,4—0,7 % (*Vereinszeitschr. 1869, 161*). Über diese Frage der nicht nachweisbaren oder scheinbaren Zuckerverluste, die immer wieder festgestellt wurden, entwickelte sich ein heftiger Widerstreit der Meinungen, in welchem gleich von Anfang die beiden entgegengesetzten Anschauungen auftraten, denen wir in der Folge immer wieder begegnen werden: während die einen geneigt waren, diese Erscheinungen auf die Gegenwart anderer optisch-aktiver Körper neben dem Zucker zurückzuführen, welche durch den Fabrikationsprozess zur Ausscheidung gelangen oder ihre optische Aktivität verlieren, sahen die anderen den Grund der scheinbaren Verluste in der Unvollkommenheit der zur Verwendung gelangenden Untersuchungsmethoden, besonders in der mangelhaften Bestimmung des in der Rübe eingeführten Zuckers.

Ergebnisse Scheiblers (1874).

Um eine exakte Beantwortung der, sowohl in wissenschaftlicher wie in praktischer Hinsicht höchst wichtigen Frage geben zu können, lag jedoch, wie Bartz bei einer Diskussion darüber auf der Hauptversammlung des „Vereins der Rübenzuckerindustrie“ in Stettin 1874 bemerkte, bisher zu wenig Material vor, und er machte daher den Vorschlag, dass möglichst viele Fabrikanten die Betriebsergebnisse ihrer Fabriken dem chemischen Laboratorium des Vereins mitteilen möchten. Dieser Anregung folgten 21 Fabriken, und aus ihren Betriebs- und Verlustermittelungen während der Kampagne 1874/75 konnte Scheibler die folgende Zusammenstellung machen (*Vereinszeitschr. 1875, 267*):

— Tabelle 1 siehe Seite 10 und 11. —

Diese Zusammenstellung, welche ein wertvolles Material gibt für die Beurteilung der damals neben der Diffusionsarbeit noch üblichen anderen Saftgewinnungsverfahren, des Zentrifugal-, Macerations- und Pressverfahrens, gibt zugleich Kenntnis von nicht nachweisbaren Verlusten in Höhe von 0,06—1,61 %, speziell für die Diffusionsarbeit von 0,06—0,93 %. Aber diese Zahlen bewiesen, wie man bald einsah, nichts für oder gegen die Existenz solcher nicht nachweisbaren Verluste. Denn diese Verlustzahlen waren dadurch gewonnen, dass die eingeführte Zuckermenge bestimmt wurde durch Polarisation des aus den zerkleinerten oder unzerkleinerten Schnitzeln ausgepressten Saftes. Es war das besondere Verdienst Bodenbenders, festgestellt zu haben, dass diese Untersuchungsmethode je nach dem Grade der Feinheit des Breies und der Stärke des Druckes beim Auspressen zu völlig verschiedenen Zahlen führte, und dass daher alle bis

dahin angestellten Ausbeutevergleiche völlig wertlos seien, da man für die Verluste mittels dieser Untersuchungsmethode alle möglichen Zahlen erlangen konnte, wenn man nur wollte. *(Vereinszeitschr. 1870, 4; 1871, 133; 1874, 683.)*

Entwickelung verbesserter Untersuchungsmethoden.

Das wichtigste Ergebnis dieser Veröffentlichung Scheiblers, die bekanntlich in den folgenden Jahren keine Fortsetzung erfuhr, weil der „Verein für Rübenzuckerindustrie" befürchtete, den Steuerbehörden dadurch zu genaue Anhaltspunkte zu geben, war daher, erneut auf die Notwendigkeit eines Verfahrens für die direkte Zuckerbestimmung in der Rübe hinzuweisen. Die Lösung dieser Aufgabe gelang Scheibler 1878 durch sein Verfahren zur alkoholischen Extraktion des Rübenbreis, das als genauestes und wissenschaftlich am besten begründetes Verfahren bis heute den ersten Platz behauptet. Da es aber schwierig und umständlich zu handhaben ist und auch die Zeitdauer der Analyse zu lang ist, so bedeutete es einen weiteren Fortschritt, als 1882 durch Degener die Rapp'sche Methode der heissen alkoholischen Digestion zur Einführung kam. Besonders diese verdrängte allmählich in den Betriebslaboratorien der deutschen Fabriken die Methode der Zuckerbestimmung im Presssafte, welche sich nur noch hielt als Mittel zur Kontrolle der Reinheit des Rübensaftes, obwohl ihre Unbrauchbarkeit auch für diesen Zweck längst feststeht. Schliesslich wurde eine weitere Vereinfachung der direkten Rüben-Untersuchung gewonnen durch die heisse und kalte wässrige Digestion Pellets (seit 1889), die aber trotz ihrer Einfachheit, Schnelligkeit und Billigkeit sich noch nicht

— Fortsetzung siehe Seite 12. —

Tabelle 1.

Verlust-Ergebnisse der Kampagne

	Pressverfahren			Zentrifugalverfahren	Maceration			
Rübensaft: Zucker	13,02	13,23	14,02	11,98	14,64	13,95	12,46	12,98
Rübensaft: ° Bx	16,27	16,02	16,51	14,99	18,77	17,50	14,84	17,08
Rübensaft: Quotient	80,02	82,58	84,60	79,92	77,99	79,70	83,90	75,99
Gewonnene Presslinge oder Schnitte %	20,97	22,56	16,09	27,91	26,91	55,20	55,00	85,00
Zuckergehalt derselben	4,74	6,13	5,46	0,92	0,36	0,28	0,26	0,15
Gewonnener Scheideschlamm %	4,46	7,33	8,00	12,60	14,43	5,55	3,00	6,08
Zuckergehalt desselben	1,70	3,37	0,91	1,23	0,30	4,04	0,16	5,56
Verbrauchte Knochenkohle %	—	18,40	16,30	14,86	16,50	27,20	22,50	25,30
Zuckergehalt d. Absüsswassers	0,45	0,55	—	0,11	0,02	0,09	0,10	0,16
Zucker i. d. Rübe (bei 95% Saft)	12,37	12,57	13,32	11,38	13,90	13,25	11,83	12,33
Ausbeute an Füllmasse	12,75	12,75	12,69	12,77	13,93	15,45	—	13,90
Zuckergehalt derselben	81,25	80,85	84,30	84,30	83,26	81,50	—	82,44
In der Füllmasse gewonnener Zucker	10,36	10,31	10,69	10,77	11,60	12,59	—	11,46
Gesamtverlust	2,01	2,26	2,63	0,61	2,30	0,66	—	0,87
Verlust in den Rückständen	0,99	1,38	0,87	0,26	0,36	0,24	0,24	0,13
„ im Druckwasser	—	—	—	—	—	0,10	0,02	0,07
„ im Schlamm	0,07	0,25	0,07	0,11	0,30	0,22	—	0,34
„ bei der Filtration	0,06	0,10	0,15	0,03	0,02	0,04	0,10	0,06
Bestimmbarer Verlust	1,12	1,73	1,09	0,40	0,68	0,60	—	0,60
Unbestimmbarer Verlust	0,89	0,53	1,54	0,21	1,62	0,06	—	0,27

Tabelle 1.

1874/75 nach Scheibler.

Diffusionsverfahren.

14,28	11,88	13,53	14,63	14,82	14,21	13,82	13,30	13,44	14,50	12,86	11,85	14,49
17,46	15,35	15,79	17,20	17,35	17,41	16,80	16,60	16,46	16,63	16,00	14,30	17,20
80,80	77,39	85,70	85,14	85,41	81,60	82,02	80,10	81,65	87,63	83,75	82,50	84,30
52,30	90,00	50,10	46,15	47,00	80,00	53,56	85,00	58,56	85,00	—	60,00	57,40
0,24	0,22	0,19	0,30	0,44	0,24	0,28	0,22	0,22	0,38	0,29	0,36	0,29
4,00	6,20	9,50	9,70	5,81	10,00	6,38	4,50	5,81	3,86	—	10,00	—
2,80	4,30	1,41	4,34	5,33	0,90	2,96	4,70	4,51	4,03	1,64	1,70	—
16,90	17,00	18,00	16,00	17,15	18,00	22,32	18,00	14,68	14,40	—	12,00	23,40
0,14	0,29	0,21	0,35	0,58	0,10	0,28	0,46	0,66	0,08	0,45	0,40	0,38
13,58	11,29	12,85	13,90	13,93	13,50	13,08	12,63	12,90	13,77	12,22	11,25	13,76
14,78	13,19	14,05	14,75	15,90	15,41	14,42	13,38	14,16	14,84	14,24	12,83	14,33
82,78	82,38	83,34	83,70	84,99	84,41	83,61	82,40	84,53	82,20	81,74	84,08	84,10
12,25	10,86	11,73	12,35	13,48	13,00	12,06	11,02	11,97	12,20	11,64	10,79	11,98
1.34	0,43	1,12	1,55	0,45	0,61	1,02	1,61	0,93	1,57	0,58	0,46	1,78
0,21	0,20	0,15	0,25	0,37	0,19	0,37	0,18	0,13	0,32	0,24	0,28	0,29
—	0,10	0,05	—	—	0,05	—	0,19	0,09	0,10	—	—	—
0,11	0,27	0,14	0,43	0,30	0,09	0,18	0,21	0,26	0,15	0,19	0,17	—
0,09	0,20	0,04	0,07	0,14	0,03	0,14	0,12	0,06	0,08	0,09	0,20	0,38
0,41	0,77	0,38	0,75	0,81	0,36	0,69	0,70	0,54	0,65	0,52	0,65	0,67
0,93	+0,34	0,74	0,80	+0,36	0,25	0,33	0,91	0,39	0,92	0,06	+0,19	1,11

allgemein zum Durchbruch hat bringen können, weil die Zweifel an ihrer Genauigkeit unter den Praktikern noch nicht völlig beglichen sind.

Verlustzahlen nach Bodenbender (1886) und Claassen (1890/92).

Aber trotz dieser weittragenden Fortschritte, die für die Bestimmung des eingeführten Zuckers einen bisher unbekannten Grad der Genauigkeit erlaubten, wollten die nicht nachweisbaren Verluste nicht aus der Zuckerfabrikation verschwinden. Elf Jahre nach den Veröffentlichungen Scheiblers stellte Bodenbender von neuem fest, dass bei genauester Zuckerbestimmung (durch Analyse der Durchschnittsproben des Diffusionssaftes mit Einrechnung der bestimmten Verluste der Diffusion) bis zur Füllmasse ein unbestimmter Verlust von 1,0—1,5 % Zucker der Rübe erhalten wurde *(Vereinszeitschr. 1886, 258)*. Erneut brachte Anfang der 90er Jahre Claassen die Frage der nicht nachweisbaren Verluste zur Erörterung und sorgte durch eine grosse Anzahl von Veröffentlichungen, die teils spezielle Punkte behandeln, teils einen Gesamtüberblick über das gesamte Gebiet der Verlustbestimmungen geben, dafür, dass die Angelegenheit nicht mehr von der Tagesordnung verschwand. Wir werden im folgenden oftmals Gelegenheit haben, auf die Arbeiten Claassens zurückzugreifen, die als massgebend zu betrachten sind und im wesentlichen die Unterlagen für den jetzigen wissenschaftlichen Stand der Verlustfrage geben. An diesem Punkte ist die Zusammenstellung zu erwähnen, die er über die Verlustzahlen von 12 deutschen Fabriken während der Kampagnen 1891/92 und 1892/93 gibt. *(D. Z. 1893, 1053)*. Die Zahlen sind aus zusammen 18 Abschlüssen der betreffenden Fabriken berechnet und zeigen folgende Gesamtverluste:

Tabelle 2.

Verlust-Ergebnisse deutscher Fabriken.
Kampagne 1891/92 und 1892/93.

Fabrik Nr.	Verlust	Fabrik Nr.	Verlust
A	1,45	F	1,21
B	1,35	G	1,03
C	1,34	„	1,08
D	1,25	H	1,10
„	1,00	J	0,94
E	1,04	K	0,57
„	1,32	L	0,55
F	1,02	„	0,47
„	1,05	M	0,39

Diese Zahlen verdienen besondere Beachtung, weil sie noch aus der Zeit der amtlichen Rübenverwiegung unter dem alten Sistem der Materialsteuer stammen; die einzige Fehlerquelle, die für die Menge des eingeführten Zuckers in Betracht kommt, ist daher die Zuckerbestimmung der Rübe. Da die Fabriken ganz zufällig ausgewählt sind und drei Viertel davon annähernd 1 % und mehr Gesamtverlust haben, so folgt daraus mit ziemlicher Sicherheit, dass Verluste von 1—1½ % normal sind. Nun sind die bestimmbaren Verluste in den Fabriken fast durchweg annähernd gleich und betragen in der Regel 0,4—0,6 %, höchstens bis zu 0,8 %. Es folgt dann aus den obigen Zahlen, dass in der grossen Mehrzahl der Fabriken unbestimmbare Verluste, deren Höhe 0,5—0,75 % des Zuckers der Rübe betragen, auftreten. Zu demselben Schluss führt die Betrachtung der Betriebsergebnisse einer grösseren Anzahl russisch-polnischer Zuckerfabriken *(D. Z. 1891, 619; 1892, 1281)* wobei zu beachten ist, dass in diesem Falle private Verwiegung der Rüben vorlag.

Tabelle 3.

Verluste russischer Zuckerfabriken.

Kampagne	Zahl der Fabriken zusammen	Zahl der Fabriken mit Gesamtverlust über 1 %	niedrigster festgestellter Gesamtverlust	unbestimmbarer Verlust
1890/91	43	36	0,80	0,15—0,80
1891/92	35	26	0,75	0,15—1,29

Bericht Weisbergs an den I. Internationalen Chemiker-Kongress (1894) und dessen Beschlüsse.

Es war also keine Frage: unbestimmbare Verluste in beträchtlicher Höhe wurden auch nach der Einführung verbesserter Untersuchungsmethoden in einer grossen Zahl von Zuckerfabriken beobachtet, ohne dass es möglich gewesen wäre, bisher eine genügende Erklärung dafür zu geben. Es war also mehr als gerechtfertigt, dass diese sämtliche Zuckerfabriken nahe berührende Frage auch die Zucker-Sektion des I. Internationalen Kongresses für angewandte Chemie beschäftigte, der 1894 in Brüssel zusammentrat. Namens der französischen „Association des chimistes de sucrerie et de distillerie“ erstattete Weisberg einen eingehenden Bericht über die Verluste in den Zuckerfabriken *(Vereinszeitschr. 1894, 875)*. Weisberg führt zuerst die damals bekannten zahlenmässigen Angaben über beobachtete Verluste an und geht dann dazu über, die widersprechenden Ansichten der verschiedenen Autoren über die Verluste in den einzelnen Stationen objektiv nebeneinander zu stellen. Er stellt fest, dass darüber, ob bei dem Diffusionsprozess unbestimmbare Verluste auftreten, ein abschliessendes Urteil noch nicht möglich ist, und bekennt sich persönlich zu der Ansicht, dass unbestimmbare Verluste bei der Diffusion

nur in geringer Höhe, bis zu 0,20% auftreten. Ferner bespricht er die Verluste bei der Scheidung, die sich sämtlich als bestimmbar charakterisieren, und die Verluste bei der Verdampfung und Verkochung, über deren Höhe bestimmte zahlenmässige Angaben nicht möglich sind. Sein Bericht empfiehlt zum Schluss für die Verlustbestimmung in den Zuckerfabriken die von dem belgischen Zuckertechniker Fr. Sachs eingeführte Methode, zu deren näherer Besprechung wir noch kommen.

Demgemäss fasste eine von der Sektion für Zuckerindustrie eingesetzte besondere Kommission, der die hervorragendsten deutschen, österreichischen, französischen, belgischen und russischen Fachmänner angehörten, folgende Beschlüsse *(Vereinszeitschr. 1894, 849)* für die Bestimmung der Zuckerverluste in allen Phasen der Fabrikation, die im wesentlichen eine Annahme der von Sachs befolgten Grundsätze bedeuten:

1. In Anbetracht, dass uns nicht die Mittel zur genauen und vor allem schnellen Bestimmung der in den Produkten aus den verschiedenen Phasen der Fabrikation wirklich vorhandenen Saccharose zu Gebote stehen, ist es wünschenswert, die sogenannten Verluste an Zucker in Polarisation auszudrücken.

2. Zur Bestimmung dieser Verluste ist es durchaus notwendig, dass die Fabriken die Apparate zum genauen Messen und Wägen der Produkte, welche in die Fabrik gelangen und herausgehen, besitzen.

3. In den Fabriken, welche im Besitz der erforderlichen Apparate sind, empfiehlt die Kommission den Gesamtverlust an Polarisation in den Produkten vom Diffusionssaft bis zur Herstellung der Füllmassen zweiten Produkts inbegriffen mit Hilfe folgender Angaben zu bestimmen:

a) Bestimmung des genauen Volumens (oder Gewichts) der Diffusionssäfte, wenn es nötig ist, mit Berücksichtigung der Temperatur.

b) Mittlere Polarisation dieses Saftes.

c) Genaues Gewicht des Zuckers ersten Produktes.

d) Polarisation dieses Zuckers.

e) Volumen der Füllmasse zweiten Produktes.

f) Mit dem Pyknometer bestimmtes spezifisches Gewicht dieser Füllmasse mit Berücksichtigung der Temperatur.

g) Polarisation dieser Füllmasse.

4. Ist der in Polarisation ausgedrückte Zuckerverlust zwischen dem Diffusionssaft und der Füllmasse zweiten Produktes bedeutend, so ist den Chemikern zu empfehlen, nach den Verlusten auf den verschiedenen Stationen des Verdampfens und Verkochens aufmerksam zu suchen. Ebenso werden sie sich überzeugen müssen, ob kein Invertzucker in den Produkten vorhanden ist.

5. Die Bestimmung der Gesamtverluste bei der Diffusion bietet grössere Schwierigkeiten. Es dürfte jedoch wünschenswert sein, dieselben ebenfalls nach einer genauen Methode zu bestimmen. Vielleicht gelangt man dahin, wenn man folgenden Weg einschlägt:

a) Genaues Abwägen der gut gesäuberten Rüben.

b) Feststellung des in den frischen Schnitzeln enthaltenen Zuckers durch heisse Digestion und Polarisation.

c) Bestimmung des in dem genau gemessenen Diffusionssaft enthaltenen Zuckers durch Polarisation.

Der Unterschied zwischen dem in dem einen und in dem anderen Produkte enthaltenen Zucker würde den Gesamtverlust bei der Diffusion angeben.

Die Bedeutung dieser Beschlüsse, auf die an dieser Stelle nur kurz eingegangen werden kann, liegt weniger in den unter 3 und 5 gemachten Vorschlägen für die praktische Bestimmung der Verluste, als darin, dass einige notwendige Voraussetzungen für die Erforschung der Verluste festgelegt werden. Punkt 1 bringt zum Ausdruck, dass nach dem Stande der Wissenschaft die beobachteten Verluste vorläufig nur als Polarisationsverluste gebucht werden können, die vielleicht nur durch die Unzulänglichkeit der zu Gebote stehenden Untersuchungsmethoden verursacht sind, während ein Beweis, dass es sich um wirkliche Verluste an Zucker durch dessen Zerstörung handelt, bisher noch nicht geführt war. Unter 2 weisen die Beschlüsse auf die Notwendigkeit hin, für die Feststellung der Verluste nur die besten Hilfsmittel zu benutzen und nicht an unzureichende Schätzungen oder nur annähernde Menge-Bestimmungen weitgehende Folgerungen zu knüpfen. Der 4. Beschluss endlich bringt zum Ausdruck, dass, wenn hohe Zuckerverluste beobachtet oder angenommen werden, es doch auch möglich sein muss, den Verbleib des zerstörten Zuckers durch eine Zunahme der Menge des Invertzuckers nachzuweisen.

Arbeiten von Fr. Sachs; die gegenseitige Kontrolle belgischer und holländischer Fabriken.

Notwendige Grundlagen für das weitere Studium der Verlustfrage waren also durch diese Beschlüsse gegeben, während in der praktischen Ausführung der Verlustbestimmungen der Kongress absichtlich einen gewissen freien Spielraum liess und sich auf eine blosse Empfehlung der von Sachs angewendeten Methode beschränkte. Diese wird seit einer langen Reihe von Jahren praktisch zur Durchführung

gebracht bei der gegenseitigen Betriebskontrolle einer grösseren Zahl belgischer und holländischer Fabriken, denen sich auch eine deutsche Fabrik zugesellt hat, und hat sich hierbei als einfach, bequem und befriedigend sichere Resultate liefernd bewährt. Sie ist dargestellt in dem Schriftchen „Notes sur le controle chimique des sucreries", par Fr. Sachs, Brüssel 1900 (siehe auch *Centralblatt 1900/01, 465, 486)*, an Hand dessen ihre Grundzüge hier kurz wiedergegeben seien.

Der eigentliche Zweck dieser Kontrolle ist, den Fabriken eine Beurteilung ihrer Arbeit zu ermöglichen durch regelmässigen wöchentlichen Vergleich ihrer Betriebsergebnisse mit denen vieler anderer Fabriken. Ein derartiger Vergleich gewährt eine bessere Kontrolle als die Kenntnis des Zuckergehaltes und der Reinheiten der eingeführten Rüben, der Zwischen- und Endprodukte allein, besonders wenn der Vergleich sich auf eine sehr grosse Zahl von Fabriken erstreckt, da dann nach Möglichkeit zufällig abweichende Ergebnisse vereinzelter Fabriken sich ausgleichen oder eliminiert werden. Voraussetzung bei solcher gegenseitigen Kontrolle ist, dass alle Feststellungen und Analysen nach vollkommen gleichen und absolut sicheren Methoden gewonnen werden. Sachs hat daher einen ganz genauen Arbeitsplan festgelegt, der auf folgenden Anschauungen beruht. Als Ausgangspunkt für die Betriebskontrolle das Gewicht und die Untersuchung der eingeführten Rüben zu wählen, erscheint nicht angebracht, weil man nicht allen Fabrikanten in den Ländern, wo keine amtliche Verwiegung besteht, die regelmässige Verwiegung der verarbeiteten Rüben zumuten darf, und weil ausserdem die Entnahme genauer Durchschnittsproben von den Schnitzeln wesentliche Schwierigkeiten bietet. Es ist daher vorzuziehen,

den eingeführten Zucker auf die Weise zu bestimmen, dass das genaue Volumen des Diffusionssaftes festgestellt wird, (was für die Verhältnisse Belgiens sich um so mehr empfiehlt, als dort die Messung des Saftes durch die Beamten der Steuer Vorschrift ist und zu diesem Zweck sicher funktionierende Messapparate aufgestellt sind), von dem eine Durchschnittsprobe mit grosser Leichtigkeit entnommen und untersucht werden kann. Aus dem Volumen des Diffusionssafts und den Volum-Prozenten Zucker in diesem erhält man sehr genau die in der Diffusion gewonnene Menge Zucker. Fügt man hierzu die in den ausgelaugten Schnitzeln und den Ablaufwässern (deren Zuckergehalt Sachs der Einfachheit wegen durchweg mit $^1/_5$ des Zuckergehaltes der ausgelaugten Schnitzel einsetzt) festgestellten Zuckerverluste, so erhält man den ursprünglichen Zuckergehalt der Rübe, da Sachs nach dem Vorgang Pellets und Herzfelds annimmt, dass es bei regelmässiger Arbeit in der Diffusion keine unbestimmbaren Verluste gibt. Wenn man daher die Menge des Zuckers im Diffusionssaft dividiert durch den Zuckergehalt der Rüben, abzüglich der bestimmten Verluste der Diffusion, so erhält man mit genügender Genauigkeit die Gewichtsmenge der verarbeiteten Rüben, sodass man dann alle Zahlen in üblicher Weise in Prozente auf Rüben umrechnen kann. In entsprechender Weise kann man die Höhe des Abzuges an Diffusionssaft berechnen. — Die Verluste und der Arbeitseffekt während der Saturation, Filtration und Verdampfung werden im allgemeinen nach der Menge und der Zusammensetzung der Füllmasse ersten Produktes beurteilt und bestimmt. Es ist jedoch sehr schwierig, die Menge der sehr zähflüssigen Füllmasse I durch Messung in den meistens kleinen Behältern oder Maischen genau festzustellen, und ganz unmöglich ist

dies, wenn, wie jetzt fast allgemein üblich, Ablauf zu den Erstprodukt-Suden zugezogen wird. Die Füllmasse I wird daher aus dem Zucker I. Produktes und der Füllmasse II berechnet. Der Zucker I. Produktes wird zum Zweck des Verkaufes genau verwogen und untersucht, und die Zweitproduktfüllmasse kann mit Leichtigkeit in den Kästen oder Maischen gemessen und ihr Gewicht berechnet werden, wenn man das spezifische Gewicht ihrer Durchschnittsprobe bestimmt. Wenn man die Menge des Zuckers in Füllmasse II und Zucker I. Produktes addiert, erhält man die Menge des Zuckers der Füllmasse I und kann dann auch das Gewicht der Füllmasse I berechnen.

Diese wenigen Angaben (Durchschnittspolarisation der Rüben, Menge und Analyse des Diffusionssafts, Zuckerverlust in den ausgelaugten Schnitzeln und im Saturationsschlamm, Menge und Zuckergehalt des Zuckers I. Produktes und der Füllmasse II. Produktes), dazu die vollständige Untersuchung der Durchschnittsproben der Füllmassen I. und II. Produktes, welche, zur Erzielung gleichmässiger Resultate, Sachs selbst in einem Zentral-Laboratorium vornehmen lässt, genügen für eine Betriebskontrolle, die alle wesentlichen Fragen beantwortet und den Vergleich der Arbeit der einen Fabrik mit der anderer Fabriken zulässt; durch diese einfache Kontrolle wird der eingeführte und der gewonnene Zucker ohne Schwierigkeiten genau bestimmt und man erhält den Gesamtverlust an Zucker während der Saturation, Filtration, Verdampfung und Verkochung. Die Müheleistung der Fabriken ist dabei gering und beschränkt sich, ausser der Feststellung der Mengen und der Anfertigung der Analysen, auf die wöchentlich einmal stattfindende Ausfüllung des folgenden kurzen Fragebogens:

Fabrik . . . . . .

Woche vom . . . . . bis . . . . . .

Fragen:

Diffusionssaft	hl
Zucker I. Produkt	kg
Füllmasse II. Produkt	hl
Durchschnittlicher Zuckergehalt in 1 hl Diffusionssaft . . .	kg
Quotient des Diffusionssaftes	
Durchschnittlicher Zuckergehalt der Rüben	%
Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln (Durchschnitt) . . .	%
Zucker im Saturationsschlamm (Durchschnitt)	%
Durchschnittspolarisation des Zuckers I. Produkt	%
Rendement desselben	
Bemerkungen	

Wir senden Ihnen heute Durchschnittsmuster der Füllmassen I. und II. Produktes.

(Unterschrift)

Abgesehen von einigen mehr nebensächlichen Punkten, haben die vorstehenden skizzierten Grundsätze, die Sachs für die vergleichende Betriebskontrolle aufstellt, allgemeine Zustimmung aller massgebenden Beurteiler gefunden, mit Ausnahme des Grundsatzes, die Menge des eingeführten Zuckers aus dem Diffusionssaft und den Diffusionsverlusten zu berechnen, der ziemlich anfechtbar scheint und mit dem wir uns später abfinden müssen. Die Billigung der Fachmänner hat ihren Ausdruck gefunden in folgendem Beschluss der Zucker-Sektion des 4. Internationalen Kongresses zu Paris 1900, der auf Antrag von Prof. Herzfeld und mit Einstimmigkeit gefasst wurde:

„Die Kommission bringt zum Ausdruck, dass zur Zeit das Verfahren von Fr. Sachs für die Kontrolle der Arbeit der Zuckerfabriken das Beste ist, und seine all-

gemeine Anwendung für die Kontrolle aller Zuckerfabriken zu empfehlen ist."

Einen Überblick über die nach dem Verfahren von Sachs erhaltenen Resultate geben die folgenden Tabellen, deren Zahlen um so höhere Beachtung verdienen, als sie die einzigen, aus neuerer Zeit vorliegenden, auf ein grosses Material und einheitliche, einwandfreie analytische Unterlagen gegründeten Untersuchungsergebnisse sind:

— Tabelle 4, 5 und 6 siehe Seite 23, 24 und 25. —

Wie man leicht einsieht, kann man aus diesen Zahlen eine Anzahl interessanter und wichtiger Beobachtungen ziehen; man erkennt den steigenden Zuckergehalt der Rüben und die im Zusammenhange damit steigende Reinheit der Diffusionssäfte und Erstprodukt-Füllmassen, wie durch Verbesserung der Arbeitsmethoden die Ausbeute an Erstprodukt-Zucker immer mehr zunimmt und wie die Diffusionsarbeit rationeller wird, da trotz geringeren Abzuges der Zuckerverlust in den Rückständen nicht wächst. Viel wertvollere Aufklärungen als diese Durchschnittszahlen müssen natürlich noch die wöchentlichen Einzelergebnisse dem Fabrikanten und Betriebsleiter geben. Zur Frage der Verluste ergeben die Tabellen die bemerkenswerte Tatsache, dass in allen Fällen sich bei der Verarbeitung des Diffusionssaftes bis zur Füllmasse ein unbestimmbarer Verlust zeigt, der zwischen 0,17—0,68% schwankt und im Mittel 0,41% beträgt. Der Verlust in der Diffusion ist hierbei, wie nochmals hervorgehoben sei, nicht inbegriffen; über dessen Höhe liegen nur die Feststellungen der an der gemeinsamen Kontrolle beteiligten deutschen Fabrik vor, die wir an anderer Stelle bringen.

— Fortsetzung siehe Seite 26. —

Tabelle 4.

Vergleichende Kontrolle belgischer Fabriken nach Sachs.
Kampagnedurchschnittszahlen.

	1892/93	93/94	94/95	95/96	96/97	97/98	98/99	99/00
1. Analysen.								
Zucker in den Rüben	11,88	12,69	12,12	13,99	13,24	14,33	15,13	14,65
Zucker in 1 hl Diffusionssaft	9,29	10,17	9,82	11,44	10,75	11,74	12,30	12,17
scheinbare Reinheit des Diffusionssaftes	84,6	85,3	85,0	87,2	87,4	87,8	87,8	87,3
Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln	0,34	0,34	0,40	0,31	0,34	0,33	0,36	0,37
Zucker im Schlamm	0,75	0,83	0,88	0,81	0,80	0,96	1,08	1,11
2. Mengenverhältnis auf 100 kg Rüben berechnet.								
Diffusionssaft l	123,5	124,7	118,5	119,1	119,4	118,9	119,4	116,4
Füllmasse I ..... kg	13,0	13,8	13,3	15,1	14,3	15,5	16,5	15,9
Zucker I..... kg	8,62	9,23	8,83	10,85	10,44	11,66	12,83	11,98
Füllmasse II ..... kg	4,14	4,13	4,09	3,97	3,43	3,36	3,04	3,30
Zucker I, % der Füllmasse I	66,2	67,1	66,4	70,6	72,8	74,5	77,8	75,5
3. Verlustberechnung auf 100 kg Rüben.								
Zucker im Diffusionssaft ...	11,47	12,28	11,64	13,62	12,84	13,93	14,69	14,17
Zucker in Füllmasse I	10,90	11,64	11,15	12,88	12,26	13,35	14,20	13,59
Gesamtverlust (mit Ausnahme der Diffusion)	0,57	0,64	0,49	0,74	0,58	0,58	0,49	0,58
nicht nachgewiesen (mit Ausnahme der Diffusion)....	0,46	0,54	0,38	0,64	0,48	0,46	0,36	0,44
4. Füllmasse I.								
Brix	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0
Polarisation	83,7	84,6	83,8	85,3	85,5	85,9	86,1	85,6
scheinbare Reinheit	89,1	90,0	89,2	90,7	90,9	91,4	91,6	91,1
Asche	3,69	3,45	3,79	3,05	2,84	2,84	2,60	2,85
Kalk.....	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,04
5. Füllmasse II.								
Brix	92,5	93,0	92,7	91,6	91,8	92,5	92,3	92,0
Polarisation	66,4	67,7	66,1	65,7	65,7	65,7	63,3	63,0
scheinbare Reinheit	71,8	72,8	71,3	71,7	71,5	71,5	68,5	68,5
Asche	9,35	9,08	9,90	8,78	8,72	9,39	9,56	9,86
Kalk	0,14	0,14	0,15	0,14	0,16	0,19	0,16	0,15
Alkalität mit Rosolsäure ...	0,20	0,18	0,23	0,19	0,21	0,24	0,18	0,21
Alkalität mit Phenolpht. ...	—	—	—	0,11	0,09	0,14	0,07	0,10
6. Zucker I. Prod.								
Polarisation.....	95,8	95,8	95,7	96,0	95,8	95,6	95,7	96,1
Rendement	90,3	90.2	90,0	90,8	90,6	90,1	90,3	90,7

Tabelle 5.

Vergleichende Kontrolle nach Sachs.

Kampagnedurchschnittszahlen holländischer Fabriken.

	1892/93	93/94	94/95	95/96	96/97	97/98	98/99	99/00
1. Analysen.								
Zucker in den Rüben	13,01	13,21	13,69	14,43	13,77	14,86	15,55	15,00
Zucker in 1 hl Diffusionssaft	10,51	10,99	11,02	12,03	12,35	12,87	13,37	13,10
scheinbare Reinheit des Diffusionssaftes	85,9	85.7	87,3	87,3	86,9	88,0	88,5	87,9
Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln	0,38	0,42	0,48	0,36	0,45	0,33	0,33	0,35
Zucker im Schlamm	1,25	1,15	0,98	0,75	1,12	0,98	0,97	1.14
2. Mengenverhältnis auf 100 kg Rüben berechnet.								
Diffusionssaft l	119,3	115,9	118,9	116,4	107,0	112,3	116,3	111,3
Füllmasse I . . . . . kg	14,2	14,4	14,7	15,9	14,9	16,4	17,1	16,5
Zucker I . . . . . kg	9,80	9,88	10,92	11,90	11,48	12,78	13,71	12,65
Füllmasse II . . . . . kg	4,08	4,20	3,43	3,52	2,88	3,02	2,68	3,29
Zucker I, % der Füllmasse I	69,3	68,5	74,5	75,1	77,1	78,1	80,4	76,6
3. Verlustberechnung auf 100 kg Rüben.								
Zucker im Diffusionssaft . . .	12.55	12.74	13,11	14,00	13.22	14,46	15,15	14,58
Zucker in Füllmasse I	12,06	12,23	12,69	13,66	12,81	14,17	14,83	14,24
Gesamtverlust (mit Ausnahme der Diffusion)	0,49	0,51	0,42	0,34	0,41	0,29	0,32	0,34
nicht nachgewiesen (mit Ausnahme der Diffusion)	0,34	0,37	0,30	0,25	0,27	0,17	0,20	0,20
4. Füllmasse I.								
Brix	94,0	94.0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0
Polarisation	85,2	84.8	86,6	86,2	86,0	86,6	87,0	86,3
scheinbare Reinheit	90,6	90,2	92,1	91,7	91,5	92,1	92,6	91,8
Asche	3,31	3,39	2,86	2,88	2,83	2,71	2,50	2,86
Kalk	0,03	0,03	0,03	0,03	0,05	0,01	0,02	0,05
5. Füllmasse II.								
Brix	91.1	91,6	91,2	91,4	92,3	92,0	92,9	92,3
Polarisation	67,0	66,7	66,6	65,3	64,4	65,2	64,3	65,5
scheinbare Reinheit	73,5	72,8	73,0	70,1	69,8	70,9	69,2	70,9
Asche	9,03	9,10	9,28	9,88	10,04	9,91	10,17	9,97
Kalk	0,08	0,08	0,10	0,10	0,10	0,04	0,06	0,04
Alkalität mit Rosolsäure . . .	0,38	0,31	0,39	0,39	0,45	0,58	0,49	0,47
Alkalität mit Phenolpht. . . .	—	—	—	0,28	0,26	0,43	0,32	0,30
6. Zucker I. Prod.								
Polarisation	95,2	95,4	95,3	95,5	95,4	95,5	95,6	95,5
Rendement	89,9	89,9	90,0	89,9	89,6	89,8	90,0	89,7

Tabelle 6.

Vergleichende Kontrolle nach Sachs.

Kampagnedurchschnittszahlen einer deutschen Fabrik.

	1894/95	95/96	96/97	97/98	98/99	99/00
1. Analysen.						
Zucker in den Rüben	13,35	14,93	13,05	14.50	14,71	14,77
Zucker in 1 hl Diffusionssaft	11,21	12,33	11,49	12,61	13,01	13,07
scheinbare Reinheit des Diffusionssaftes	85.0	85,3	85,0	84,9	84,7	85,0
Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln	0,26	0.32	0,27	0,28	0,28	0,32
Zucker im Schlamm	2,05	1,98	2,17	2,59	3,13	2,50
2. Mengenverhältnis. auf 100 kg Rüben berechnet.						
Diffusionssaft l	107.2	113,7	107,3	109,9	108,7	108,9
Füllmasse I ..... kg	13,7	15,7	13,9	15,3	15,7	15,9
Zucker I ..... kg	8,28	9,51	9,50	10,17	10,84	10,87
Füllmasse II ..... kg	5,00	5,95	4,04	4,90	4,25	4,46
Zucker I, % der Füllmasse I	60,7	60,6	68,5	66.4	68,9	68,4
3. Verlustberechnung auf 100 kg Rüben.						
Zucker im Diffusionssaft ...	12,02	14,02	12,36	13,85	14,15	14,24
Zucker in Füllmasse I	11,51	13,32	11,71	13,05	13,25	13,40
Gesamtverlust (mit Ausnahme der Diffusion)	0,51	0,70	0,65	0,80	0,80	0,84
nicht nachgewiesen (mit Ausnahme der Diffusion) ...	0,30	0,50	0,46	0,59	0,56	0,68
4. Füllmasse I.						
Brix	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0	94,0
Polarisation	84,6	84,7	84,4	85,2	84,8	84,3
scheinbare Reinheit	90,0	90,1	89,8	90,6	90,2	89,7
Asche	3,30	3,14	3,32	3,14	2,92	3,17
Kalk	—	—	—	—	—	—
5. Füllmasse II.						
Brix	92,0	90,0	90,4	89,0	91,8	94,0
Polarisation	67,5	66,4	63,4	66,4	67,2	66,1
scheinbare Reinheit	73,4	73,8	70,0	74,6	73,1	70,3
Asche	8,11	7,83	9,38	8.08	8,45	9,07
Kalk	0,46	0,77	1,23	0,52	0,64	1,06
Alkalität mit Rosolsäure ...	0,11	0,11	—	0,21	0,23	0,15
Alkalität mit Phenolpht. ...	—	—	0,07	0,12	0,12	0,07
6. Zucker I. Prod.						
Polarisation	98,3	98,5	96,2	96,4	96,2	96,2
Rendement	95,6	96,8	91,6	92,2	91,6	91,6

Gegenseitige Kontrolle russischer und französischer Fabriken.

Über die Zweckmässigkeit und Nützlichkeit der vergleichenden Betriebskontrolle in wissenschaftlicher als auch gerade in praktischer Hinsicht kann kein Zweifel bestehen; um so auffälliger kann es erscheinen, dass das Beispiel der belgischen und holländischen Fabriken kein Seitenstück findet in den übrigen Zucker erzeugenden Ländern, die doch zum Teil auf einer höheren technischen und wissenschaftlichen Stufe der Fabrikation stehen. Teils scheint man sich, wie in Deutschland, mit Gewalt der Einsicht von dem Nutzen dieser Art der Kontrolle zu verschliessen, teils hat man sie entweder zu mangelhaft oder wieder zu umständlich zur Ausführung gebracht; in dieser Lage befinden sich Russland und Frankreich.

Von der gegenseitigen Kontrolle der russisch-polnischen Fabriken war schon weiter oben die Rede. Obwohl sie seit mehr als einem Jahrzehnt mit grosser Hingabe und Eifer von einer grösseren Anzahl Fabriken, regelmässig 25—30, davon 10 Fabriken ohne Unterbrechung von Anfang an, gehandhabt wird, fehlt doch ihren Resultaten, wie Weisberg im einzelnen nachweist *(Bull. de l'Assoc. 1897/98, 120; Vereinszeitschr. 1897, 999)* jede Genauigkeit und Zuverlässigkeit, da sie in den bereits vom I. Internationalen Kongress gerügten Fehler verfallen, auf durchaus mangelhafte Bestimmung des Rübengewichtes, meist nach dem Gewicht der Anfuhr auf dem Hofe, die Verlustbestimmung aufzubauen. Daher kommt es, dass zum Teil bei den Verlustberechnungen sogar ein Gewinn an Zucker resultiert. Den Angaben dieser Kontrolle über unbestimmte Verluste kann man aus diesem Grunde überhaupt kein Vertrauen schenken, einigen Wert hat nur

die Bestimmung der nachweisbaren Verluste, die bei den erwähnten 10 Fabriken, die seit Jahren ununterbrochen an der Kontrolle teilnahmen, in dieser ganzen Zeit zwischen 0,45—1,05 schwankten und im Mittel 0,72 betrugen.

Den entgegengesetzten Fehler beging man in Frankreich, wo Dupont in der letzten Hälfte der 90er Jahre eine gegenseitige Kontrolle einführte, die in dem Bestreben nach möglichster Genauigkeit soweit gehende Anforderungen an die Fabriken stellte, dass sich von Anfang an nur wenige Fabriken (13—14) beteiligten, und dass später infolge des umständlichen Apparates das ganze Unternehmen scheiterte. Über die erzielten Ergebnisse ist nur bruchstückweise berichtet worden, *(Bull. de l'Assoc. 1897/98, 116; Vereinszeitschr. 1897, 994)*, danach fand man Gesamt-Verluste von 0,45—2,30 %, unbestimmbare Verluste während der Diffusion 0,02—1,50 %, im Mittel 0,20 % und unbestimmbare Verluste von der Diffusion bis zum Zuckerhaus 0,12—1,80 %. Diese Angaben erwecken wenig Vertrauen, da besonders die Höchstzahlen allem widersprechen, was man bisher bei normaler Arbeit in dem Betriebe festgestellt hat.

Arbeiten von H. Pellet.

Am Schlusse dieses Überblickes über die bisherigen Versuche zur Feststellung der Betriebsverluste und über die dabei gewonnenen Ergebnisse müssen die beiden ausführlichen Arbeiten von H. Pellet erwähnt werden, in welchen er — an Hand der bis dahin erschienenen Arbeiten über den Gegenstand und auf Grund zahlreicher eigener Versuche — eine zusammenfassende Darstellung der Frage der Zuckerverluste gibt.

Die erste Arbeit „Über die unbestimmbaren Verluste in der Zuckerfabrikation", von der Vereinigung der französischen

Zucker- und Alkoholchemiker preisgekrönte Denkschrift (*Bull. de l'Assoc. 1895/96, 236;* deutsche Übersetzung *Vereinszeitschr. 1895, 1025)* untersucht genau die Verluste auf allen einzelnen Stationen des Betriebes, zu deren Feststellung bestimmt werden muss:

1. das genaue Gewicht der Rüben,
2. der genaue Zuckergehalt der eingeführten frischen Schnitzel,
3. das Gewicht der Pülpe, die Menge der Diffusionsabläufe und deren Zuckergehalt,
4. das Volumen des erhaltenen Diffusionssaftes unter Berücksichtigung der Temperatur,
5. der wirkliche Zuckergehalt der Diffusionssäfte,
6. das Gewicht des Schlammes,
7. der Zuckergehalt des Schlammes,
8. das Gewicht der Füllmasse I. Produktes,
9. die in der Füllmasse I. Produktes enthaltene Zuckermenge,
10. das Gewicht des Zuckerproduktes und dessen Gehalt an reinem Zucker,
11. die Menge der Melasse,

während die Bestimmung folgender Punkte

12. die Verluste durch die Tücher der Filterpressen, der mechanischen und anderer Filter für Dick- und Dünnsäfte,
13. die mechanischen Verluste an Dünnsaft, Dicksaft, Zucker oder Nachprodukten,

zum mindesten wünschenswert ist.

Über die Verfahren zur Feststellung dieser Verluste, besonders über die Entnahme, Aufbewahrung und Vorbereitung der Proben, sowie über deren Untersuchung, die dazu empfehlenswerten Methoden und die Fehler, die dabei

auftreten können, gibt Pellet sodann bis in's Einzelne gehende genaue praktische Vorschriften. Er unterscheidet dabei folgende Klassen von Verlusten:

1. Verluste bei der Saftgewinnung:
   Pülpe,
   Diffusionsabläufe,
   Verluste durch Zersetzung während der Saftgewinnung,
   Verluste durch Einfluss des Bleiniederschlages.
2. Verluste bei der Saturation:
   Polarisationsdifferenz durch Einwirkung des Kalkes,
   Verluste im Schlamm und in den Tüchern der Filterpressen,
   Schlamm von der 1. Saturation,
   Schlamm von der 2. Saturation,
   Schlamm von der 3. Saturation.
3. Verluste bei der Filtration:
   Mechanische Filtration der Dünn- und Dicksäfte,
   Verluste in den Abscheidungen und in den Tüchern,
   Verluste in den Knochenkohlen-, Sand- und anderen -Filtern.
4. Verluste durch Zersetzung während des Verdampfens und Verkochens.
5. Verluste beim Verwiegen des kristallisierten Zuckers.
6. Mechanische Verluste auf allen Stationen, an Dünnsäften, Dicksäften und Zucker.
7. Verluste durch Mitreissen in den Verdampfapparaten.

Bei der Bestimmung der Verluste der Diffusion entstehen nach Pellet sehr wesentliche Fehler dadurch, dass der Zuckergehalt der eingeführten Schnitzel sehr schwer genau festzustellen ist und im allgemeinen zu hoch gefunden wird, besonders wenn die Probenahme durch Entnahme einzelner

Rüben und nicht der Schnitzel geschieht, ferner weil bei der Zerkleinerung in gewissen Zentrifugalreiben, ebenso beim Stehen der zerkleinerten Probe an der Luft durch Wasserverdunstung der Zuckergehalt der Probe steigt, und weil bei der Probenahme keine Proben aus den Partien schmutziger Schnitzel entnommen werden. Alle diese Umstände vereint können mit Leichtigkeit einen durchschnittlich um 0,1 bis 0,2 erhöhten Zuckerbefund in den Schnitzeln verursachen. Arbeitet man unter Berücksichtigung aller angeführten Vorsichtsmassregeln, so findet man nach Pellet keinerlei unbestimmbare Verluste in der Diffusion, sodass durch die Analyse des Diffusionssaftes und der Rückstände eine Kontrolle des Zuckergehaltes der frischen Schnitzel, andererseits, wenn dieser letztere bekannt ist, eine Kontrolle des Rübengewichtes möglich ist. Pellet begnügt sich zum Beweise hierfür (abgesehen von seinen theoretischen Auseinandersetzungen) von vielen von ihm erhaltenen Versuchsergebnissen nur folgendes näher wiederzugeben:

100 Wägungen zu 500 kg = 500 dz
Frische Schnitzel . . . . . = 11,18
Zucker in den ausgel. Schnitzeln 0,38 × 0,90 = 0,34
Zucker in den Diffusionsabläufen 0,09 × 1,00 = 0,09
Gesamtverlust bei der Saftgewinnung 0,43
also eingeführter Zucker 10,75
Diffusionssaft, Zucker in 100 ccm = 10,39
Abzug 103,4 l
im Diffusionssaft gewonnener Zucker (10,39 × 1,03) = 10,74
unbest. Verlust = 0,01

Bei einer Reihe anderer Versuche fand Pellet den unbestimmten Verlust zu 0,022 bis 0,026 % des Zuckers der

Rübe, und er sieht seine Ansicht bestätigt durch die Versuchsergebnisse von Herzfeld, Weisberg und Schnell.

Zur Frage der Verluste vom Diffusionssaft bis zur Füllmasse verficht Pellet die Anschauung, dass bei der Scheide-Saturation durch den Einfluss des Kalkes eine Erniedrigung der Polarisation des Saftes stattfindet, die nach seinen Feststellungen bei Diffusionssäften von 10,5—12,0 % (Volumprozenten) Zucker-Gehalt im Durchschnitt 0,23 % beträgt, und welche durch Ausscheidung einer unbekannten, durch Kalk fällbaren, ein ziemlich beträchtliches Drehungsvermögen besitzenden Substanz veranlasst wird. Sodann darf bei der Analyse des Diffusionssafts der Einfluss des Bleiniederschlages nicht unberücksichtigt bleiben, der auf 100 ccm 1 ccm Raum einnimmt und daher das Resultat um 1 % zu hoch erscheinen lässt. Ein Diffusionssaft von 11,25 Pol. enthält also tatsächlich nur 11,25 — 0,11 = 11,14 % Zucker. Ferner sind nach Pellet die Verluste an Absüsswasser beim Öffnen der Pressen, durch den in den Presstüchern verbleibenden Saft, und in dem Schlamm der mechanischen Dünnsaft- und Dicksaftfilter durchaus nicht zu vernachlässigen, sie können im einzelnen je einige Hundertstel des Zuckers der Rübe, zusammengenommen 0,05—0,10 % Verlust (der sonst als unbestimmbar gilt) ausmachen. Auch allen anderen irgend möglichen Verlustquellen geht Pellet peinlich nach; er findet solche beim Verwiegen des Zuckers, wo brutto 101 kg verwogen werden, während der Sack nur 800 g wiegt, sodass 0,02 % Verlust auf Rüben entsteht, ferner in den Schlammmassen, die bei der Reinigung der Saturationspfannen und der Vorwärmer entfernt werden, schliesslich in den zahlreichen gelegentlichen mechanischen Verlusten, welche im ganzen eine beträchtliche Summe darstellen und bisher

als „unbestimmbare“ Verluste in Rechnung treten. Den Verlust beim Verdampfen und Verkochen setzt Pellet mit etwa 0,10 % Zucker auf Rüben an.

Auf diesem Wege gelangt Pellet dahin, einen normalen Verlust von 1,10 %, der sich bisher darstellte wie folgt:

Gesamt-Zuckerverlust		1,10
Bekannte Verluste, Diffusion .	0,45	0,55
Schlamm	0,10	
Differenz oder unbestimmbare Verluste		0,55

also einen unbestimmbaren Verlust von 0,55 enthielt, in folgender Weise zur Darstellung zu bringen:

1. Verlust bei der Diffusion (Pülpe)	0,35
2. Verlust bei der Diffusion (Abläufe)	0,10
3. Verlust im Schlamm	0,10
4. Durch Einwirkung des Kalkes	0,15
5. Durch Zuckerzersetzung während der Verdampfung	0,10
6. Zucker, zurückgehalten in den Tüchern der Filterpressen und der mechanischen Filter für Dünn- und Dicksäfte	0,06
7. Zuckerüberschuss beim Verkauf von Zucker .	0,01
8. Verlust infolge des Bleiniederschlags, wenn man diesen nicht in Rechnung gezogen hat*) . . .	0,13
Bestimmte Verluste:	1,00
Gesamtverluste:	1,10
Es bleibt für mechanische und durch Überreissen entstandene Verluste, sogen. unbestimmbare Verluste	0,10

*) wenn nämlich bei der Verlustbestimmung die Zuckermenge des Diffusionssaftes als Grundlage gedient hat.

Pellet geht noch weiter und will unbestimmbare Verluste nicht nur in Höhe von 0,55, sondern sogar von 1,00 % auf natürliche und einfache Weise erklären:

1. Differenz infolge der bei der Zuckerbestimmung eingeschlagenen Methode*) 0,40
2. Differenz zwischen der Analyse der frischen Schnitzel und der ganzen Rübe 0,30
3. Durch Einwirkung des Kalkes 0,15
4. Zucker, zurückgeblieben in den Filtertüchern und in den verschiedenen nicht untersuchten Ablagerungen 0,05
5. Zuckerzerstörung (beim Verdampfen) 0,10

Unbestimmbare Verluste: 1,00

Er kommt daher auch zu dem Schluss, dass bei Wahl der entsprechenden Vorsichtsmassregeln und Untersuchungsmethoden die unbestimmbaren Verluste sich sehr vermindern oder vollständig ihre Erklärung finden werden. Das Ergebnis seiner Betrachtungen fasst er in folgenden allgemeinen Schlussfolgerungen zusammen:

„Es steht also fest,

1. dass, wenn man die chemische Kontrolle im Betriebe, so wie angegeben worden ist, mit aller erforderlichen Sorgfalt besonders in betreff der Bestimmung des in die Fabrik eingeführten Zuckers handhabt, man keine unbestimmbaren Verluste von 1,00 und 1,20 % finden wird und diese sich bedeutend vermindern werden;
2. dass von der verminderten Zahl, welche noch die unbestimmbaren Verluste vorstellt, ein grosser Teil bestimmt werden kann, und zwar

*) P. meint die Zuckerbestimmung nach der Presssaftmethode.

a) als von der Einwirkung des Kalkes bei der wässrigen Polarisation beim Eintritt und Ausgang des gereinigten Saftes herrührend;

b) als Zuckerverluste in den verschiedenen Phasen der Fabrikation, besonders in den Tüchern der Filterpressen und der mechanischen Dünn- und Dicksaftfilter, in dem in den Säcken zuviel gelieferten Zucker, und als Zucker, der während der Verdampfung zerstört wird;

3. dass der wirklich unbestimmbare Verlust sich auf 0,10—0,20 % reduzieren wird und nicht nur dem bei der Verdampfung mitgerissenen Zucker, welchen man ja direkt durch besondere Einrichtungen zu bestimmen suchen könnte, sondern auch dem während der ganzen Manipulationen des Dünnsaftes, Dicksaftes, der Füllmassen, des Zuckers und der Abläufe auf mechanische Weise verloren gegangenen Zucker entsprechen werde."

Die zweite Arbeit Pellets über den Gegenstand ist betitelt: „Die unbestimmbaren Verluste in der Zuckerfabrikation und die Mittel zu ihrer Verminderung" und stammt aus dem Jahre 1898 *(Bull. de l'Assoc. 1898/99, 432)*. Sie ist gleichfalls eine durch eine Preisfrage des Syndikates der französischen Zuckerfabrikanten veranlasste Denkschrift. Wie die Überschrift schon andeutet, ist ihr Hauptzweck, die Mittel anzugeben, durch welche die unbestimmbaren Verluste verringert werden können, und Pellet sieht diesen Zweck erreicht, indem er den Nachweis zu führen sucht, dass es wirkliche unbestimmbare Verluste garnicht gibt, sondern dass diese auf mangelhafte Untersuchungsmethoden, deren fehlerhafte Ausführung und überhaupt auf ungenügende Kontrolle

der verschiedenen Verlustquellen zurückzuführen sind. Demgemäss beschränkt sich seine Arbeit darauf, den einzelnen Verlustquellen nachzugehen, die verschiedenen Ansichten über die Höhe der Verluste in den einzelnen Stadien des Betriebes zu diskutieren und sodann erneut ausführliche Vorschriften zu geben für Mengen-Feststellung, Probenahme und Ausführung der Untersuchungen, kurz für eine wirklich vollständige Betriebskontrolle. Den Hauptinhalt dieser zweiten Arbeit bildet also der von ihm angestrebte Beweis, dass durch genügende Betriebskontrolle sämtliche Verluste während der Fabrikation aufgeklärt und festgestellt werden können, und dass damit die unbestimmbaren Verluste verschwinden, indem sie sich in bestimmbare verwandeln.

Da die Arbeit in deutscher Übersetzung nicht vorliegt, so erscheint es angebracht, hier eine gedrängte Skizze des Inhaltes zu geben; auf eine Anzahl wertvoller und beachtenswerter Einzelheiten wird im weiteren Verlauf noch zurückzukommen sein. Die Inhaltsübersicht folgt durchaus der Einteilung des Originals.

Erster Teil.

Verluste von der Rübenanfuhr bis zur Verwiegung.

I. Verluste in den Mieten.

1. Gewichtsverluste. Nach den Arbeiten von Claassen und Fogelberg schwankt der tägliche Gewichtverlust zwischen 0,041—0,107 % und beträgt im Durchschnitt 0,076 % der eingemieteten Rüben.
2. Zuckerverluste. Nach den Arbeiten Fogelbergs beträgt der durchschnittliche Zuckerverlust täglich 0,023 %, also im Monat 0,70 %. Nach Claassen und Pellet ist dieser Verlust geringer und beträgt monatlich etwa

0,5 %. Je nach den Eigenschaften der Rübe, der Erntezeit und den Witterungsverhältnissen kann sogar der Zuckerverlust so gering sein, dass durch den gleichzeitigen Gewichtverlust der Rübe deren Zuckergehalt steigt oder wenigstens gleich bleibt.

3. Wöchentliche Schwankungen des Zuckergehaltes. Die Verluste in den Mieten hängen also von so vielen Faktoren ab, dass keinerlei einheitliche Regeln hierfür aufzustellen sind, bald nimmt der mittlere Zuckergehalt der Rüben bis zum Schluss der Kampagne regelmässig ab, bald schwankt er in geringen Grenzen oder nimmt sogar bis zu Ende der Kampagne zu.

II. Zuckerverluste der Rüben in den Schwemmen und Wäschen.

1. Zuckerverluste. Diese schwanken je nach verschiedenen Umständen (Dauer der Berührung, Temperatur des Wassers, Zahl der Verletzungen), zwischen 0,1—0,2 % und können unter aussergewöhnlichen Umständen bis zu 0,5—0,7 % steigen.

2. Wasser-Absorption. Gleichzeitig nimmt aber das Gewicht der Rüben durch Absorption und physikalisches Festhalten von Wasser um durchschnittlich 1 % zu.

III. Zuckergehalt der frischen Schnitzel im Vergleiche zum Zuckergehalt der Rübe bei der Anfuhr. An einem Beispiel wird gezeigt, dass der Zuckergehalt einer Rübe von 13,5 % Zucker bei 10tägigem Lagern und durch das Schwemmen und Waschen auf 13,3 % sinkt und dass endlich, unter Berücksichtigung des geringeren Zuckergehaltes des Kopfes, der anhängenden Erde und

des anhängenden Wassers Schnitzel von nur 12,9 % Zuckergehalt erhalten werden.

IV. Gewichtsverluste während der Wäsche. Schliesslich tritt während des Reinigungsprozesses noch ein Materialverlust durch das Abbrechen der kleinen Wurzeln und Rübenschwänze ein, der im Durchschnitt nach Versuchen von Pellet 2,20 % beträgt.

Von allen diesen Verlusten soll sich der Fabrikant Rechenschaft geben, obwohl sie mit den eigentlichen Betriebsverlusten nichts zu tun haben.

Zweiter Teil.

Die Verluste in der Diffusion.

1. Gewicht der Rübe. Dieses kann durch die Waagen der Steuer oder automatische Waagen, die genau geaicht und häufig geprüft werden müssen, mit Sicherheit festgestellt werden.
2. Zuckergehalt der Rüben. Für die Bestimmung des Zuckergehaltes der Rübe darf sich die Probenahme nicht auf die ganzen Rüben, sondern auf die frischen Schnitzel erstrecken, da man sonst 0,20—0,45 % Zucker zuviel finden kann, ferner darf natürlich nicht die sogenannte indirekte Analyse (Bestimmung des Zuckers im Presssaft), zur Anwendung kommen, da diese bis um 1 % zu hohe Resultate gibt.
3. Probenahme der frischen Schnitzel. Von jedem Diffuseur soll mindestens eine, besser 2 bis 3 Proben genommen werden, die Proben halten sich unverändert bis zu drei Stunden, nur bei gefrorenen Rüben müssen die Untersuchungen der Sammelproben öfter erfolgen. Aus Versuchen geht hervor, dass bei Rüben von wenig schwanken-

dem Zuckergehalt, aber auch bei solchen mit stark schwankendem Gehalt zwei oder mehrere verschiedene Durchschnittsproben fast genau (bis auf Hundertstel Prozente) gleiche Analysenergebnisse geben.

4. Vorbereitung der Schnitzelproben zur Analyse. Die Proben sollen in einer geschlossenen Fleischhackmaschine zerkleinert werden, in einem geschlossenen Gefäss aufgefangen, gemischt und ein Teil der Mischung für das Abwägen in bedeckt gehaltenen Schalen bereit gestellt werden. Trifft man diese Vorsichtsmassregeln nicht, so können durch Verdunstung 0,15 bis 0,25 % Zucker zuviel gefunden werden, die dann die Menge der unbestimmbaren Verluste erhöhen. Man kann sämtliche alkoholischen oder wässrigen Untersuchungsmethoden anwenden, als einfachste und zugleich genaue Methode empfiehlt sich die heisse wässrige Digestion, bei der besonders auf genügenden Zusatz von Bleiessig geachtet werden muss.
5. Beobachtungen über die Probenahme der frischen Schnitzel; Einfluss der weissen, schmutzigen, langen und kurzen Schnitzel. Die Probenahme muss alle Arten der Schnitzel umfassen und geschieht daher am besten nicht mit der Hand, die bloss die langen Schnitzel ergreift, sondern mit einem Metallgefäss. Lange Schnitzel sind zuckerreicher als kurze, weisse zuckerreicher als schmutzige. Mit der Hand entnommene Proben waren bis um 0,18 % zuckerreicher.
6. Zuckergehalt der Rübe; Menge des eingeführten Zuckers. Diese erhält man aus dem Gewicht der Rüben und dem berechneten Durchschnitt der Durchschnittsanalysen.
7. Menge des in die Diffusion eingeführten Zuckers und seine Verteilung. Der eingeführte Zucker findet sich

wieder in a) dem Diffusionssaft, b) den ausgelaugten Schnitzeln, c) den Ablaufwässern, d) in den Kondenswässern der Kalorisatoren und in aussergewöhnlichen mechanischen Saftverlusten.

8. Messung des Diffusionssaftes. Der Diffusionssaft soll nach der Methode der Belgischen Steuerbehörde oder in hohen, mit verschiebbarem Überlauf versehenen Gefässen gemessen werden, die gleichmässige Höhe des Saftstandes ist durch einen entsprechenden Kontrollapparat zu kontrollieren.
9. Temperatur des Diffusionssaftes. Die Temperatur muss, am besten durch ein registrierendes Thermometer, festgestellt werden, um danach das Volumen auf Normaltemperatur zu reduzieren; die Ausdehnung des Diffusionssaftes ist annähernd die gleiche wie die des Wassers, und daher kann die Reduktion auf Normaltemperatur unter Benutzung der für Wasser geltenden Faktoren geschehen.
10. Probenahme des Diffusionssaftes. Der Zuckergehalt des Diffusionssaftes ist an verschieden hohen Stellen des Messgefässes sehr verschieden, die Probenahme geschieht daher durch eine Art Probestecher, der unten durch einen Hahn verschlossen ist.
11. Konservierung der Diffusionssaft-Probe. Von sämtlichen Messgefässen muss eine Probe in ein Sammelgefäss gegeben werden, das zur Konservierung entweder Sublimat oder ein Zehntel Volumen Bleiessig enthält.
12. Untersuchung der ausgelaugten Schnitzel. Von jedem Diffuseur, der entleert wird, soll eine Probe genommen werden, in der zerkleinerten Durchschnittsprobe wird der Zucker durch Analyse des Presssaftes bestimmt. Die

Menge der ausgelaugten Schnitzel nimmt man mit 100 % an, in grossen Batterien ist sie geringer und durch Versuche festzustellen.

13. Analyse des Ablaufwassers. Von jedem Diffuseur ist eine Probe, und zwar zu verschiedenen Zeitpunkten des Ausschiessens zu entnehmen, die auf bekannte Weise untersucht wird.
14. Verschiedene Verluste in der Diffusion. Die Verluste in den Kondenswässern der Kalorisatoren und durch sonstige mechanische Ursachen sind bei gut geleitetem Betriebe so gering, dass sie innerhalb der Versuchsfehlergrenzen fallen, also vernachlässigt werden können.
15. Gibt es unbestimmbare Verluste in der Diffusion und kann es solche geben? — Trotz der durchaus widersprechenden Ansichten verschiedener Fachmänner, die aber offenbar nicht mehr so bestimmt ablehnend sind wie früher, ist Pellet überzeugt, dass es in der Diffusion weder unbestimmbare Zuckerverluste noch überhaupt unbestimmbare Polarisationsverluste gibt. Gäbe es solche, so müssten gleichzeitig auffällige Verminderungen der Reinheit des Diffusionssaftes auftreten, während tatsächlich nur ganz geringe Schwankungen der Reinheit beobachtet werden.
16. Reinheit des Rübensaftes und des Diffusionssaftes. Zwischen der Reinheit des durch Pressen erhaltenen Rübensaftes und der des Diffusionssaftes besteht nun bei gleichmässigem Arbeiten insofern eine Beziehung, als der Diffusionssaft eine etwas höhere Reinheit zeigt.
17. Schwankungen der Reinheiten des Diffusionssaftes. Da nun, wie Analysenergebnisse mehrerer Kampagnen zeigen, die Schwankungen in der Reinheit des Diffusions-

saftes sehr unbedeutend sind, so ist dadurch bewiesen, dass keine abnormen Zuckerverluste in der Diffusion statt haben.

18. Bilanz des Zuckers in der Diffusion. An Hand einer Reihe von Analysenergebnissen einzelner Tage und einer ganzen Kampagne wird bewiesen, dass der eingeführte Zucker sich fast genau im Diffusionssaft und in den Verlusten wiederfindet.

19. Reduzierende Stoffe in der Diffusionsbatterie. Während einige Autoren gefunden haben, dass die Menge der reduzierenden Substanzen (Invertzucker) im Diffusionssaft gegenüber dem Rübensaft etwas zunähme, glaubt Pellet gefunden zu haben, dass die Menge der reduzierenden Stoffe sich gleich bleibt. Dies spricht gegen die zuweilen behauptete Zerstörung von Zucker in der Diffusionsbatterie.

20. Einfluss des Bleiniederschlages auf die Analyse des Diffusionssaftes. Über diesen Punkt bestehen abweichende Ansichten, und es wird daher davon Abstand genommen, einen Einfluss des Bleiniederschlages auf die Analyse des Diffusionssaftes (durch zu hohen Befund) in Rechnung zu setzen, zumal bei den übrigen Analysen dieser Einfluss gleichfalls ausser Rechnung gelassen wird.

21. Die Diffusionsverluste nach verschiedenen Versuchsanstellern. Verschiedene französische und russische Autoren, ferner Schnell, Herzfeld und Jesser haben entweder gar keine oder höchstens bis auf 0,15 % steigende unbestimmbare Diffusionsverluste gefunden, Jesser hat in diesem Falle Zunahme der reduzierenden Stoffe und Abnahme des Reinheitsquotienten beobachtet.

Dritter Teil.

Verluste während der Scheidesaturation und Filtration.

1. Saturation. Auf dem Wege von der Diffusion bis zur Saturation können nur mechanische Verluste vorkommen, die man eventuell durch Messen und Analysieren des gekalkten Saftes feststellen kann.
2. Zuckerverlust im Schlamm. Zu seiner Bestimmung ist der Hauptwert auf häufige und richtige Probenahme zu legen. Das Gewicht des Schlammes erhält man aus der Zahl der Pressen oder durch Berechnung aus der verbrauchten Kalkmenge.
3. Verlust durch die Presstücher. Dieser Verlust ist bei gutem Absüssen und wenn die Tücher selten gewechselt werden gering; jedoch gross genug um im Verein mit ähnlichen, einen sehr merklichen Verlust herbeizuführen.
4. Mechanische Verluste in den Filterpressen. Der beim Spritzen der Pressen entweichende Saft ist verloren, wenn nicht Vorrichtungen bestehen, die ihn ansammeln. Ebenso sollte das beim Öffnen der Pressen verloren gehende Wasser, das 3 bis 6 g Zucker im Liter enthalten kann, gesammelt werden. Diese Wässer können dann wieder zum Absüssen dienen.
5. Gibt es noch andere Verluste bei der Saturation? — Seine frühere Behauptung, dass durch den Einfluss des Kalkes ein Polarisationsverlust von 0,15 bis 0,25 % auf Rüben entstehe, hält Pellet nicht mehr aufrecht. Zwar kann sich, besonders wenn der Kalk dem nicht oder ungenügend (unter 70 °) erwärmten Saft zugesetzt wird, ein erheblicher Prozentsatz unlöslichen Zuckersaccharates bilden, das durch Aussüssen nicht aus dem Schlamm entfernt

werden kann, aber dieser Zuckerverlust ist durch geeignete Analyse genau bestimmbar. Gleichfalls leicht festzustellen und auch quantitativ zu bestimmen sind die Verluste durch Überreissen und Überschäumen.

6. Verluste bei der mechanischen Filtration des Saftes. Die Filter für den Dünnsaft vor seinen Eintritt in die Verdampfapparate enthalten meist eine grosse Anzahl Tücher, die oft gewechselt werden, und deren jedes 240—300 g Zucker als Saft enthält, sodass leicht ein Verlust von 0,01 % auf Rüben entstehen kann.
7. Die Schwefelung der Säfte. Durch die Schwefelung wird kein Zucker zerstört, und der einzige Verlust wird durch die Filtration erzeugt, er beträgt gleichfalls etwa 0,01 %, jedoch ist zu bemerken, dass bei nicht sehr gut geleiteten Betrieben dieser Verlust sehr leicht grösser wird. Obwohl kein Zucker verloren geht, nimmt die scheinbare Reinheit durch die Schwefelung meist ab, da eine geringe Konzentration des Saftes ohne Abscheidung fremder Stoffe eintritt. Dies ist dann natürlich kein Beweis für Zuckerzerstörung.

Vierter Teil.

Konzentration des Saftes; Schlussfolgerungen.

1. Konzentration. Der in die Verdampfapparate eintretende Zucker ist genau gleich der Menge des in der Diffusion gewonnenen Zuckers abzüglich der Verluste im Schlamm, in den Filtertüchern und durch mechanische Ursachen. Bei der Konzentration, vom Beginn der Verdampfung bis zum Ende des Verkochens, geht Zucker verloren durch Zersetzung, durch Überreissen und in den Dicksaftfiltern.

2. Zuckerverluste durch Zersetzung während der Verdampfung.
   a) In Dreifach-Verdampfapparaten, wo die Temperatur im ersten Körper nur 80 ° beträgt, ist die Zersetzung sehr gering, wie man sich durch Verdampfen des gleichen Saftes über freier Flamme und bei gewöhnlichem Luftdruck überzeugen kann. Der Verlust kann 0,05, unter den ungünstigsten Umständen 0,10 % erreichen, ist dann aber durch eine auffällige Verminderung der Reinheit leicht zu erkennen.
   b) In Vierfach- und Fünffach-Körpern hat man mit einer Anfangstemperatur von 108 ° zu rechnen. Wenn jedoch die Dauer des Saftaufenthaltes normal ist und zusammen nicht 2 bis 3 Stunden überschreitet, so findet wohl eine starke Zunahme der Färbung der Säfte, aber keine Zuckerzerstörung statt, ebenso beobachtet man keine Abnahme des Reinheitsquotienten. Bei höheren Temperaturen, die in Verdampfapparaten vorkommen können, über die Pellet aber keine Versuche angestellt hat, wird offenbar schon nach kürzerer Zeit Zuckerzerstörung eintreten.
3. Wirkung der Wärme auf den Zucker der Säfte; Beobachtungen verschiedener Versuchsansteller. Die Ergebnisse der vielfach angestellten Untersuchungen weichen beträchtlich von einander ab, weil die Versuchsbedingungen sehr verschieden, oft auch den Verhältnissen der Praxis durchaus nicht entsprechend gewählt sind. Zu ziemlich gleichen Schlüssen wie Pellet kommt unter anderen Horsin-Déon, der gleichfalls feststellt, dass eine Zunahme der Färbung noch kein Beweis ist für die Zerstörung von Zucker.

4. Mechanische Verluste. Abgesehen von Verlusten durch Überfliessen und Wegfliessen, die in einer gut geleiteten Fabrik nicht vorkommen dürfen, sind dies die Verluste durch Überreissen und die in den Dicksaftfiltern.

   a) Durch Überreissen. Es kommen hier in Betracht einerseits die Brüden-Wässer. Da diese zum Speisen der Dampfkessel benutzt werden, zeigt sich jeder Verlust an Zucker in ihnen durch den bekannten charakteristischen Geruch an, sodass es unmöglich ist, dass auf diesem Wege nennenswerte Zuckermengen in Verlust gehen können. Von dem Fallwasser andererseits kann man leicht Durchschnittsproben nehmen, diese auf ein kleineres Quantum eindampfen und darin den Zuckergehalt bestimmen. Pellet fand so Mengen von 0,02 bis 0,12 g Zucker in 1 Liter Fallwasser. Das Volumen des Fallwassers setzt man mit dem 8- bis 11-fachen Volumen des Saftes in Rechnung und erhält dann den Verlust im Fallwasser von 0,03 bis 0,08 % auf Rüben schwankend.

   b) Durch Filtration des Dicksaftes. Dieser Verlust ist sehr merklich, da ein Tuch bis zu 1 kg Zucker zurückhalten kann, je nach der Zahl der Tücher und Filter ist er aber bestimmbar.

5. Verluste durch Filtration über Kohle, Sägemehl, Sand, Kieselguhr usw. Auch diese Verluste, die besonders bei der allerdings nur noch seltenen Knochenkohle-Filtration sehr merklich sind, sind bestimmbar.

6. Verluste beim Verkochen. Wie man sich durch Versuche im Laboratorium jederzeit Rechenschaft geben kann, wenn man Dicksaft bei entsprechender Temperatur und Koch-

dauer eindickt, tritt ein Verlust durch Zuckerzerstörung hierbei fast garnicht ein. Es kommen also nur mechanische Verluste, in den Kondenswässern, oder beim Ausdampfen und Reinigen der Apparate in Betracht. Um die Gesamtmenge aller Zuckerverluste in Reinigungs- und Waschwässern und dergleichen bestimmen zu können, wird empfohlen, sie in ein gemeinschaftliches Sammelbassin zu leiten, aus welchem eine fortlaufende Durchschnittsprobe entnommen wird.

7. Verluste beim Sacken des Zuckers. Da hierbei für den Sack Zucker durchschnittlich netto 100 g zuviel abgewogen werden, so beträgt dieser Verlust etwa 0,01 % auf Rüben.

8. Verluste vom Schleudern des Erstproduktes bis zur Melasse. Durch die neueren Fabrikationsmethoden wird die Melasse durchschnittlich viel eher gewonnen als früher, sie ist daher auch minder stark gefärbt, und Pellet hat die Beobachtung gemacht, dass damit auch die Zuckerzerstörung beträchtlich geringer wurde, sodass bei längerer Dauer der Aufarbeitung 0,20—0,30 % unbestimmbare Verluste mehr gefunden wurden. Um den Grad der Zuckerzerstörung zu bestimmen, müsste man den Ablauf mit entsprechenden Temperaturen und in der Dauer der Aufarbeitung der Produkte bis auf Melasse entsprechend langer Zeit behandeln.

9. Zusammenfassung der Verluste während der Fabrikation. Es gibt

Bekannte Verluste: Ausgelaugte Schnitzel,
Ablaufwasser,
Schlamm.

„Unbestimmte", jedoch nachweisbare Verluste:

In den Tüchern der Filterpressen.
In den Tüchern der mechanischen Dünn- und Dicksaftfilter.
In den Waschwässern aller Art.
Bei der Verdampfung, Verkochung und Anwärmung aller Produkte.
Durch das Übergewicht der Zuckersäcke.

Für eine Rübe von 13,5 % Zucker, die auf 3 Produkte verarbeitet wird, hat man folgende Aufstellung:

Minimal-Verluste:	
In den verschiedenen Tüchern	0,06
Durch Überreissen und in allem fortlaufenden Wasser	0,03
Bei der Verdampfung	0,00
Bei der Nachprodukt-Arbeit	0,15
Durch Übergewicht der Säcke	0,01
Zusammen:	0,25 auf 100 Rüben.

Bei weniger sorgfältiger Arbeit wird die Summe der bisher „unbestimmbaren" Verluste leicht auf 0,40 % steigen, sodass sich ergibt

Verluste in der Diffusion	0,45
„ im Schlamm	0,10
Sogen. unbestimmbare, nun bestimmte Verluste	0,40
Zusammen:	0,95
in Zucker und Melasse wiedergefunden .	12,55
Zusammen:	13,50

Es folgt also, dass es in einer Fabrik mit guter chemischer Kontrolle keine unbestimmbaren Verluste mehr geben darf, dass diese vielmehr sämtlich bestimmt werden können und dass, wenn man sie kennt, ihre Menge leicht vermindert werden kann. Um zu beweisen, dass die Menge der unbestimmbaren Verluste bis auf die von ihm angegebenen Zahlen reduziert werden kann, führt Pellet zuerst

10. die gewöhnlichen unbestimmbaren Verluste der Zuckerfabriken an, die nach Sachs in Belgien 1892/93 zwischen 0,32—0,68, 1893/94 zwischen 0,36—0,88; in Holland in den entsprechenden Zeiträumen zwischen 0,15—1,03 und 0,26—0,64 schwankten. Demgegenüber stellt er die

11. verringerten unbestimmbaren Verluste zweier holländischer Fabriken, Oudgastel und St. Antoine, die bei vollkommenster Betriebskontrolle einen fast ständigen Rückgang der unbestimmbaren Verluste von 0,41 bis auf 0,15 zeigen, während die Gesamtverluste zwischen 0,87 bis 0,64 schwanken. Ebenso gibt es französische Fabriken, die nicht mehr einen Gesamtverlust von 1,20—1,30 %, sondern nur noch von 0,80—0,90 % zeigen, und wo die unbestimmbaren Verluste nicht über 0,20 % betragen.

Schlussfolgerungen.

Von diesen sollen nur die wichtigsten herausgegriffen werden.

„Es gibt keine unbestimmbaren Verluste in der Diffusion, weder Zuckerverluste noch Polarisationsverluste, wenn man alle nötige Sorgfalt für Wägung, Probenahme, Messung und Analyse der Rüben, der frischen Schnitzel, des Diffusions-

saftes, der ausgelaugten Schnitzel und des Ablaufwassers aufwendet."

„Wenn es bisher als unbestimmbar anerkannte Verluste gab, so treten diese immer in Erscheinung, entweder durch eine Vermehrung der reduzierenden Substanzen oder durch eine Verminderung des Reinheitsquotienten, derart, dass man daraus den entsprechenden Zucker- oder Polarisationsverlust berechnen kann."

„Die unbestimmbaren Zuckerverluste müssen gleich Null sein, wenn die chemische Kontrolle ernsthaft ausgeführt wird."

„Ein gewisser Teil der bisher als unbestimmbar berechneten Verluste kann nachgewiesen werden."

Um noch einmal hervorzuheben, in welchen Punkten sich diese Arbeit von der vorhergehenden unterscheidet, so sieht Pellet neuerdings davon ab, unbestimmbare Verluste als durch den Einfluss des Bleiniederschlags und die Wirkung des Kalkes auf den Diffusionssaft hervorgerufen anzunehmen. Er erklärt vielmehr die unbestimmbaren Verluste hauptsächlich durch mechanische Verluste, die man bisher vernachlässigt hat, und durch Zuckerzerstörung beim Erhitzen, besonders während der Nachproduktarbeit. Auf diese Weise kann er unbestimmbare Verluste höchstens bis 0,40 % eliminieren, geht also hierin nicht mehr soweit wie anfangs, wo er mühelos unbestimmbare Verluste von 1 % aus der Welt schaffte. Immerhin ändert dies nichts an seinen Schlussfolgerungen, dass es unbestimmbare Verluste in Wahrheit überhaupt nicht gäbe.

Neueste Erörterungen über die Höhe der Verluste.

Während so der Streit der Meinungen bis vor kurzem sich nur darum drehte, ob es überhaupt keine unbestimm-

baren Verluste oder ob es solche von etwa 0,50—0,75 % Höhe gäbe, war es in jüngster Zeit dem bekannten österreichischen Erfinder K. Steffen und seinen Anhängern vorbehalten, die (wie wir sehen werden, auf sehr zweifelhaften Grundlagen beruhende) Behauptung aufzustellen, dass die unbestimmbaren Verluste viel höher seien, als man bisher auch in den ungünstigsten Fällen angenommen hatte, da die Menge des eingeführten Zuckers durch mangelhafte Untersuchung des Rohmaterials allgemein zu niedrig gefunden werde, und dass die unbestimmbaren Gesamtverluste 1,5—2,0 % und noch darüber betrügen (siehe u. a. *Vereinszeitschr. 1903, 717).* Diese Behauptung hatte die erfreuliche Folge, eine lebhafte Erörterung über die Verlustfrage anzuregen, in welcher wir uns noch inmitten befinden und deren Ergebnisse in den vorliegenden Aufzeichnungen noch verwertet werden konnten. An dieser Stelle sind zu erwähnen die Angaben über die Höhe von Gesamtverlusten, welche sich bei strengster Betriebskontrolle nach den bisher anerkannt besten Methoden herausstellten. Mügge *(Vereinszeitschr. 1904, 719 u. 888)* beziffert nach jahrelangen Untersuchungen den Gesamtverlust auf durchschnittlich 1,20 %, wovon 0,60 % unbestimmbar sind; die Höhe der unbestimmbaren Gesamtverluste kann unter ungünstigen Verhältnissen, bei Verwendung schmutzigen oder unausgereiften Rübenmateriales vorübergehend bis auf 1 % steigen. In ziemlicher Übereinstimmung damit stehen die Ergebnisse der Kampagnen 1901—1903 in der Zuckerfabrik Dormagen, welche Herrmann veröffentlichte *(Centralblatt 1903/04, 1143),* und nach denen von 1,57—1,50—1,23 % Gesamtverlust 0,87—0,77—0,67 % unbestimmbare Verluste waren.

Blicken wir nunmehr zurück auf die Entwicklung der Verlustfrage, wie sie im vorstehenden kurz skizziert wurde, so sehen wir als wesentlichstes Moment, dass die Urteile über die Verluste, über ihre Art und ihre Höhe auseinandergehen, je nach den verschiedenen Wegen und Arbeitsweisen, die zu ihrer Bestimmung inne gehalten werden. Klarheit über die Frage zu schaffen wird nur möglich sein, wenn Einheit besteht über die für die Verlustbestimmung geeignetste Methode. An Hand der hierüber vorliegenden wissenschaftlichen Arbeiten die theoretischen Grundlagen hierfür zu entwickeln, muss daher die nächste Aufgabe sein, die uns zu beschäftigen hat.

B. Die Zuckerverluste nach dem gegenwärtigen Stande der Wissenschaft.

1. Einleitender Überblick.

Zieht man von der mit den frischen Schnitzeln in die Fabrikation eingeführten Polarisation die in den Endprodukten erhaltene Polarisation ab, so ergibt die Differenz die Verluste in Gestalt einer je nach den Fabrikationsverhältnissen, dem Stande der chemischen Kontrolle und dem Zustande des Rübenmateriales stark wechselnden Grösse. Diese zerfällt wieder in zwei verschiedene Zahlen, über deren Verhältnis zu einander gleichfalls keinerlei regelmässige Beziehungen bestehen, in die bestimmbaren und in die unbestimmbaren Verluste. Bestimmbare Verluste nennt man die in den Abfallstoffen der Fabrikation regelmässig der Menge nach festgestellten Verluste, für die man in den meisten Fabriken nur zwei Hauptquellen annimmt: Die Verluste in der Diffusion durch ausgelaugte Schnitzel und Ablauf-(Ausschiess-)Wasser und die Verluste in den Filterstationen durch den Schlamm der Filterpressen, während die doch gleichfalls bestimmbaren Verluste im Fallwasser zu Unrecht meist vernachlässigt werden. Die noch übrig bleibende Zahl nennt dann die Grösse der sogenannten unbestimmbaren Verluste, für welche Claassen vier Ursachen unterscheidet *(Korr.-Bl. 1893, 137; Böhm. Zeitschr. 1893/94, 113)*:

1. ungenaue Gewichtsbestimmung der Rüben, der gewonnenen Produkte und der Abfallstoffe;
2. ungenaue Polarisation der obigen Stoffe
   a) infolge unrichtiger Probenahme,
   b) infolge unrichtiger Untersuchungsmethoden;
3. Zerstörung von Zucker während des Fabrikationsprozesses;
4. Zerstörung anderer polarisierender Stoffe oder deren Umwandlung in optisch-inaktive Stoffe.

Die ersten zwei Ursachen veranlassen die scheinbaren Verluste, die dritte die unbestimmbaren wirklichen Zuckerverluste, die vierte die unbestimmbaren Polarisationsverluste.

Die Aufgabe der nachstehenden Kapitel wird es sein, den Verlusten in allen Stationen der Fabrikation nachzugehen, ihre Art und ihre Ursachen festzustellen und, wenn möglich, die Mittel zur Feststellung ihrer Grösse anzugeben, um daraus zur Beantwortung der Frage zu kommen, ob und inwieweit es unbestimmbare Verluste gibt. Eine Unterfrage, die dabei von Anfang an bis zu einem gewissen Grade offen bleiben muss, ist es, ob die unbestimmbaren Verluste wirkliche Zuckerverluste oder nur Verluste an Polarisationsgraden sind. Diese Frage kann nur annähernd und von Fall zu Fall nach theoretischen Erwägungen beantwortet werden, da unsere jetzigen Untersuchungsmethoden uns kein Mittel geben, Polarisation und wahren Zuckergehalt in allen Ausgangstoffen, Zwischen- und Endprodukten bestimmt zu unterscheiden.

Die Betrachtung der Verluste kann nach dem Gange des Fabrikationsprozesses in zwei grosse Gruppen zerfallen: 1. Verluste während des Diffusionsvorganges und 2. Verluste bei der Verarbeitung des Diffusionssaftes

auf die Endprodukte, da es in den meisten Fabriken üblich ist, ausser der Menge des eingeführten Zuckers und des endgiltig gewonnenen Zuckers auch die Menge des im Laufe der Arbeit im Diffusionssaft gewonnenen Zuckers zu bestimmen. Ausscheiden können für unseren besonderen Zweck die Verluste, die in dem Zeitraum von der Anfuhr der Rübe auf dem Fabrikhof bis zu dem Augenblick ihrer Verwiegung vor der Zerkleinerung in den Schnitzelmaschinen in dem Rohmaterial durch Gewicht- und Zuckerverluste eintreten. So wichtig die Kenntnis dieser Verluste für den Fabrikanten ist und soviel sie im Interesse der Rentabilität der Fabrik seine aufmerksamste Beachtung verdienen, so muss doch von ihrer Betrachtung abgesehen werden, da ihre regelmässige Kontrolle nur unter Überwindung unverhältnismässig grosser Schwierigkeiten denkbar wäre, und da diese Verluste nicht unter die von den Fabrikationsmethoden und deren richtiger Handhabung abhängigen Verluste fallen.

2. Die Verluste in der Diffusion.

a) Menge des eingeführten Zuckers.

Allgemeines.

Bei der Bestimmung der Verluste in der Diffusion erhebt sich zuerst die überhaupt für die gesamte Verlustbestimmung wichtige Frage: Auf welche Weise soll der in die Fabrikation eingeführte Zucker bestimmt werden? Die natürlichste Antwort darauf erscheint: Durch Wägung der eingeführten Rüben und Bestimmung des Zuckergehaltes ihrer Durchschnittsprobe. Wie wir jedoch oben sahen, empfehlen Sachs und auch Pellet, den eingeführten Zucker aus Menge und Zuckergehalt des gewonnenen Diffusionssaftes zu berechnen, weil die Gewichtfeststellung der Rüben in Ländern ohne amtliche Verwiegung zu viel Mühe verursache und weil es schwierig sei, eine gute Durchschnittsprobe der Schnitzel zu nehmen. Das Gewicht der eingeführten Rübenmenge, das man braucht, weil jede geordnete Ausbeute- und Verlustberechnung auf dieses gegründet werden muss, soll dann berechnet werden, indem man die Menge des im Diffusionssaft erhaltenen Zuckers durch den durchschnittlichen Zuckergehalt der Schnitzel dividiert, also z. B.

Gewonnen: 1100000 kg Diffusionssaft
zu 13,18 % Pol. . . . . = 145000 kg Zucker

Durchschnittlicher Zuckergehalt der eingeführten Schnitzel . . . . . = 15,0 %

Verluste in Schnitzeln und Ablaufwasser . . . . . = 0,5 %

Daher verarbeitete Rüben $\frac{145000}{0,145}$ . . = 1000000 kg.

Nun ist vielleicht unter den Verhältnissen Belgiens, für welche diese Art und Weise der Berechnung der Menge der Rüben durch Sachs zuerst eingeführt ist, diese Methode diejenige, die am meisten Genauigkeit verspricht, weil dort der Diffusionssaft steueramtlich gemessen wird. Unter anderen Besteuerungsverhältnissen aber und besonders wie in Deutschland, wo dem Fabrikanten die Wahl vollständig freisteht, auf welche Weise er die Menge des eingeführten Zuckers feststellt, muss grundsätzlich die Forderung aufgestellt werden, dass dies durch Verwiegung und Untersuchung des zur Verarbeitung kommenden Rohstoffes geschieht, auf dessen Menge und Zuckergehalt sich die ganze Ausbeute- und Verlustberechnung bezieht. Jede indirekte Methode ist hier abzulehnen, besonders wenn, wie in diesem Falle, vorläufig noch garnicht feststeht, ob die indirekte Methode auf richtigen Voraussetzungen beruht und daher fehlerfreie Ergebnisse gewährleistet. Wie später noch genauer erörtert werden wird, liegt allerdings die Wahrscheinlichkeit nahe, dass die Summe des in dem Diffusionssaft und in den Diffusionsverlusten festgestellten Zuckers im regelmässigen Betriebe der Gesamtmenge des Zuckers der Rübe annähernd entspricht (mit welcher Voraussetzung die indirekte Methode steht und fällt), aber die volle, unzweifelhafte wissenschaftliche Feststellung dieser Voraussetzung ist bisher noch nicht erbracht, vielmehr steht sogar fest, dass

es gewisse Stadien eines anormalen Betriebes gibt, in denen die Voraussetzung durchaus irrig ist. Dazu kommt dann, dass weder die Feststellung des Gewichtes, noch das Entnehmen und die einwandsfreie Untersuchung einer richtigen Durchschnittsprobe der eingeführten Rüben solche Schwierigkeiten hat, dass die Anwendung einer indirekten Methode geboten erschiene.

Gewicht der Rüben.

Das Gewicht der Rübe kann einwandfrei nur durch direkte Wägung in geeigneten Vorrichtungen geschehen, und es ist für die Zwecke der Betriebskontrolle jede andere Art der Gewichtbestimmung zu verwerfen. Wird das Gewicht nur nach der Anfuhr auf dem Hofe unter Abzug der Schmutzprozente festgestellt, so soll zwar im allgemeinen diese Zahl mit der durch Verwägung kurz vor dem Zerschneiden der Rüben übereinstimmen; eine Gewähr aber, dass dies wirklich der Fall ist, besteht in keiner Weise, denn abgesehen von den unvermeidlichen Fehlern bei der Schmutzbestimmung unterliegt das Rübengewicht bei der Aufbewahrung in Mieten oder Haufen Gewichtveränderungen, Gewichtzunahmen oder meistens -Abnahmen, für die sich feste Regeln kaum geben lassen. Ebenso unrichtig und für die Beurteilung der Ausbeute-Ergebnisse einzelner Wochen oder Tage noch viel leichter irreführend, ist die Gewichtbestimmung aus der Zahl der gefüllten Diffuseure und dem (angenommenen) mittleren Gewicht der Füllung auf 1 cbm Fassungsraum, da dieses nach Art der Rüben und Schnitzel, nach der Zeit der Verarbeitung, endlich sogar nach dem guten Willen und dem Grade der Einarbeitung des Arbeiters, der das Füllen und

Stopfen der Diffuseure besorgt, in den weitesten Grenzen schwankt, und daher diese Gewichtbestimmung besonders bei der Verarbeitung von erfrorenen oder Stockrüben ganz abweichende Resultate zeitigt.

Für die direkte Verwiegung unmittelbar vor den Schnitzelmaschinen kommt die Verwiegung mit gewöhnlichen Waagen, nach der Art der früheren Steuerverwiegung, nur in Betracht, wenn man über besonders zuverlässige Arbeitskräfte zu deren Bedienung verfügt, und in der Lage ist, die Verwiegung gut zu kontrollieren. Dazu gehört, dass die Zahl der Verwiegungen nicht nur durch Anschreiben, sondern gleichzeitig auch durch die Angaben eines zuverlässigen Zählwerkes, das in geeigneter Weise mit der Ein- und Ausrück-Vorrichtung verbunden ist, kontrolliert wird. Vorzuziehen sind jedoch automatische Wägevorrichtungen, entweder solche, die wie die Waage von Gebr. Böhmer, Magdeburg, nur dann zum Ausfüllen in den Rumpf der Schnitzelmaschine betätigt werden können, wenn die abgewogene Rübenmenge das bestimmte Gewicht erreicht hat, oder aber Waagen, welche wie die bekannte Chronos-Waage von C. Reuther & Reisert, Hennef, das Rübengewicht vollkommen automatisch feststellen. Diese letztere Waage arbeitet durchaus zuverlässig, indem sie ausser der Normalfüllung von beispielsweise 400 kg das während des Ausschlagens durch Nachfallen von Rüben entstehende sogen. Übergewicht genau zur Anschreibung bringt; um jedoch etwaige Störungen des anschreibenden Mechanismus zu erkennen, ist auch bei dieser (wie bei der vorhergenannten) Vorrichtung empfehlenswert, noch einen besonderen Zähler für die Zahl der Wägungen anzubringen. Die Zahl der durchschnittlich auf eine Wägung entfallenden kg, die annähernd gleich bleiben

muss, gibt dann eine bequeme Kontrolle für das richtige Funktionieren der Waage.

Die Verwiegung geschieht auf diese Weise bis auf eine Rübe genau, also bei einer jedesmaligen Verwiegung von 500 kg um durchschnittlich höchstens 0,75 kg oder 0,15 % zu niedrig oder zu hoch. Bei einem Zuckergehalt der Rüben von 15 % können also bei geregelter Verwiegung Fehler von höchstens 0,02 % Zucker auf Rüben in der Verlustberechnung vorkommen, die sich aber in Wirklichkeit mit grosser Wahrscheinlichkeit ausgleichen werden. — Mit den Rüben zugleich wird das ihnen anhangende Wasser mitgewogen, das in den meisten Fällen immer mit in die erzeugten Schnitzel gehen wird; erforderlichenfalls ist dafür zu sorgen, dass aus der Schnitzelmaschine etwa entweichende wesentliche Wassermengen von den Schnitzeln aufgesaugt werden, damit das Gewicht der Rüben und der gewonnenen Schnitzel durchaus identisch bleibt. Aus dem gleichen Grunde muss, wie vorwegnehmend schon hier bemerkt sei, die Schnitzelprobe in der Weise genommen werden, dass ein wesentlicher Wasserverlust durch Abtropfen oder Verdunsten ausgeschlossen ist.

Zuckergehalt der Rübe.

Durchschnittsproben.

Die Durchschnittsprobe zur Bestimmung des Zuckergehaltes der Rübe kann auf verschiedene Weise entnommen werden, indem entweder von jeder Wägung eine ganze Rübe entnommen wird oder indem Proben der Schnitzel genommen werden. Wie erwähnt, ist nach Pellet die erstere Art der Probenahme zu verwerfen, da sie im Durchschnitt zweier Kampagnen 0,20 und 0,31 % Zucker in der Rübe mehr ergab

als die gleichzeitig entnommenen Schnitzelproben. Diese Angaben Pellet's hat Claassen bei Untersuchungen über die Probenahme der frischen Schnitzel *(Vereinszeitschr. 1896, 98)* nicht bestätigt gefunden, er fand vielmehr, dass die Probenahme der ganzen Rüben im Vergleich zu der auf verschiedene Weise ausgeführten Probenahme der frischen Schnitzel fast genau den gleichen Zuckergehalt ergab. Trotzdem wird im allgemeinen die Probenahme der Schnitzel der Probenahme ganzer Rüben vorzuziehen sein, schon weil sie bequemer ist und durch die Schnitzelmaschine eine weitere Mischung der Rüben eintritt, sodass dadurch die Sicherheit steigt, eine richtige Probe, die den wirklichen Durchschnitt darstellt, zu erhalten. Bei jeder Art der Probenahme kommt zwar nur ein sehr geringer Bruchteil des eingeführten Rohstoffes zur Untersuchung, bei Entnahme einer Rübe von 500 g auf eine Verwiegung von 500 kg z. B. nur 0,1 % und bei der Entnahme von Schnitzeln meistens noch weniger, trotzdem ist die Wahrscheinlichkeit, dass richtige Probenahmen auch durch solche kleinen Proben ausführbar sind, nach Claassen erwiesen durch die Tatsache, dass alle derartige Proben nur wenig — zu 50 % nur innerhalb der Versuchsfehlergrenzen — von dem mittleren Durchschnittsgehalt der Rüben abweichen, und dadurch, dass durch vergleichende Probenahmen, die auf verschiedene Weise ausgeführt werden, gleiche Ergebnisse erhalten werden. Unbedingte Erfordernisse für die richtige Probenahme sind dabei in erster Linie regelmässige und ununterbrochene Probenahme, richtige Aufbewahrung, Vorbereitung und Untersuchung der Proben, worüber der praktische Teil dieses Werkes Vorschriften geben wird. Sind die nötigen Vorsichtsmassregeln getroffen, so ist nicht zu bezweifeln, dass das Mittel der Analysenergebnisse dem wirklichen mittleren

Zuckergehalt der Rüben sehr nahe kommt und nur mit kleinen Schwankungen von vielleicht 0,1—0,2 % nach oben oder unten davon abweicht. Wie leicht einzusehen, können mehr oder weniger häufig entnommene Einzelproben oder Stichproben eine solche Gewissheit nicht schaffen, sie können wohl in einigen Fällen ein gutes Mittel für die Kontrolle des Betriebes abgeben, dagegen niemals Grundlagen für die Bestimmung der Verluste liefern.

Die Methoden der Rüben- und Schnitzeluntersuchung.

Nachdem eine richtige Durchschnittsprobe der Schnitzel entnommen ist, kommt es darauf an, eine geeignete Untersuchungsmethode für diese zu wählen. Ausgeschlossen von vornherein ist die sogen. indirekte Methode der Zuckerbestimmung in dem Presssaft der zerkleinerten Rüben oder Schnitzel. Es ist so allgemein anerkannt, dass diese Methode vollkommen unrichtige Ergebnisse liefert, dass es überflüssig ist, auch nur ein Wort darüber zu verlieren. In Betracht kommen nur die direkten Methoden; als solche sind bisher folgende vorgeschlagen worden: die alkoholische Extraktion von Scheibler, die alkoholische Digestion (warm nach Rapp-Degener, kalt nach Stammer), die heisse und die kalte wässrige Digestion Pellet's, schliesslich noch die gleichfalls von Pellet herrührende wässrige Extraktion, welche bisher fast gar keinen Eingang gefunden hat und daher von vornherein ausscheiden kann.

Als genaueste Methode vom wissenschaftlichen Standpunkte aus gilt allgemein die **alkoholische Extraktion,** unter der ausdrücklichen Voraussetzung, dass sie richtig ausgeführt wird, wie unten näher beschrieben werden wird. Jedoch

auch dann liegt immer noch, besonders bei der Anwendung auf grobgehackten Brei, die Möglichkeit vor, dass eine, auch durch die α-Naphtol-Reaktion geprüfte, scheinbar beendete Untersuchung unrichtige Resultate gibt und sich bei einer zweiten oder gar dritten Nach-Extraktion des Rückstandes noch wesentliche Mengen Zucker finden, bei der zweiten Extraktion bis zu 0,3 %. Für ganz genaue, wissenschaftliche Untersuchungen muss also mindestens eine Nach-Extraktion stattfinden. Aber auch ohne diese hat die Methode zweifellos den Nachteil, eine lange Zeitdauer und sehr sorgfältige und umständliche Handhabung zu beanspruchen, sie erfordert ausserdem verhältnismässig teuere Apparate und Reagentien, was sie für häufige Untersuchungen und den täglichen Laboratoriumsgebrauch wenig empfehlenswert erscheinen lässt.

Hingegen zeigt gerade die **heisse wässrige Digestion** alle diese Nachteile nicht, sie ist mit einfachen Handgriffen und Apparaten auszuführen, ist billig und gibt schnelle Resultate. Was die Genauigkeit dieser Resultate anlangt, so ist jetzt als feststehend anzunehmen, dass, wenn sich überhaupt Differenzen gegen die alkoholische Extraktion zeigen, diese für die Praxis des Betriebes nicht in's Gewicht fallen, da sie innerhalb der Grenzen der Versuchsfehler liegen. Trotzdem hat die Ansicht, dass die wässrige Digestion einen beträchtlichen Teil optisch-aktiven Nichtzuckers löse und daher um etwa 0,2—0,4 % zu hohen Zuckergehalt angebe, besonders in Deutschland noch viele Anhänger und es ist daher wohl nicht überflüssig, etwas näher auf diesen Punkt einzugehen, wobei wir uns z. T. auf das Schriftchen „*La digestion aqueuse à chaud ou à froid et les méthodes alcooliques pour la détermination directe du sucre dans la betterave*“, *von H. Pellet (Paris 1902)* stützen.

Wenn eine Reihe älterer Versuche, speziell des Vereinslaboratoriums der deutschen Zuckerindustrie, durchschnittlich niedrigere Resultate mit der alkoholischen Extraktion als mit der heissen wässrigen Digestion ergaben, so kann dies darauf zurückgeführt werden, dass besonders bei Anwendung konzentrierten Alkohols von 90—95 Vol. % die Extraktion eine unvollständige sein kann (Petermann fand bei 129 Extraktionen in 11 Fällen noch Reste von Zucker, davon in 8 Fällen in Höhe von 0,1 bis 0,3 %, *Sucr. Belge 1888*). Umgekehrt erscheint auch der direkte Beweis erbracht, dass Wasser bei Verwendung von genügenden Mengen Bleiessig keinerlei andere rechtsdrehende Stoffe aufnimmt als Alkohol. Das Asparagin, welches eine schwache Rechtsdrehung zeigt, hat bei Gegenwart von Bleiessig in Alkohol wie in Wasser gleiche Löslichkeit, sein Drehungsvermögen, das also beide Verfahren in gleicher Weise beeinflusst, kann aber jederzeit durch Zusatz von 2—3 Tropfen Essigsäure zu den Filtraten auf 0° reduziert werden. Die Pektinstoffe zeigen allerdings eine wesentliche Löslichkeit in Wasser, aber es ist bewiesen, dass sie durch Zufügung genügender Mengen Bleiessig vollständig aus der wässrigen Lösung ausgefällt werden. Raffinose, die besonders in gefrorenen und sonstwie veränderten Rüben auftritt, sollte nach älteren Annahmen wohl in alkoholischer, nicht aber in wässriger Lösung durch Bleiessig ausfällbar sein, was als Hauptgrund für die angeblichen höheren Befunde der wässrigen Digestion hingestellt wurde, jedoch Tollens hat gezeigt, dass Raffinose in den geringen Mengen, in welchen sie in den frischen Rüben vorkommt, in alkoholischer Lösung so wenig wie in wässriger durch Bleiessig niedergeschlagen wird, also beide Untersuchungsmethoden gleichmässig (in normalen Rüben übrigens

in kaum nachweisbarer Weise) beeinflusst. Was endlich den Invertzucker anbelangt, so zeigt dieser allerdings in Gegenwart eines grossen Überschusses von Bleiessig in wässriger Lösung und nach vorausgegangener Erhitzung eine um etwas geringere Linksdrehung als in alkoholischer Lösung, beeinflusst also das Untersuchungsresultat der Rübe im Sinne einer etwas höheren Rechtsdrehung, jedoch beträgt bei den geringen Mengen, die von Invertzucker (oder richtiger, von reduzierenden Stoffen) in der frischen Rübe vorhanden sind (im Rübensaft 0,1 bis 0,2 Vol. %), der dadurch entstandene Fehler im allerungünstigsten Falle nur 0,1 %, meist aber nur Bruchteile davon an Mehrbefund, kann also für die Praxis unberücksichtigt bleiben.

Unter Anerkennung dieser Gründe, welche die praktische Erfahrung bestätigt hat, ist der Widerstand, den die heisse wässrige Digestion anfangs bei vielen anerkannten Autoritäten der Zuckerindustrie fand, vollständig verschwunden, diese geben vielmehr sämtlich zu, dass diese Methode für die grosse Praxis des Betriebes die gleichen Resultate wie die alkoholische Extraktion gibt. Auch die bis zuletzt von den Gegnern der Methode immer wieder vorgebrachte Ansicht, dass wenn auch nicht die normalen, so doch die anormalen Rüben bei der Anwendung der heissen wässrigen Digestion einen zu hohen Zuckergehalt anzeigten, ist schon vor längerer Zeit durch Strohmer widerlegt worden, der an unreifen, gefrorenen, aufgetauten, verfaulten und welken Rüben niemals Unterschiede der beiden Untersuchungsarten fand. (*Öster. Zeitschr. 1889, 12.*) Hervorzuheben ist noch, dass die heisse wässrige Digestion bei falscher Ausführung sogar zu niedrige Resultate geben kann.

Sehr verbreitet ist noch immer die **heisse alkoholische Digestion,** die nur bei sehr sorgfältigem Arbeiten, ausgedehnter Digestionsdauer und Verwendung nicht zu groben Breies richtige Resultate gibt, während tatsächlich durch vielfache Erfahrung fest steht, dass sie, meistens infolge ungenügender Digestionsdauer und falscher Handhabung, oft einen um 0,2 bis 0,4 % und nach den neuesten Erörterungen bis um 1,5 % niedrigeren Zuckergehalt als die Extraktion finden lässt. Da nun gegen die Genauigkeit und Richtigkeit der Befunde durch Extraktion von keiner Seite Einwürfe erhoben werden, so ist es schwer zu verstehen, wodurch die Beibehaltung der alkoholischen Digestion noch gerechtfertigt werden kann, wenn man nicht der von verschiedenen Seiten ausgesprochenen Ansicht folgen soll, die Methode verdanke ihre Beliebtheit grade dem für Fabrikanten und Betriebsleiter angenehmen Umstande, dass sie oft zu niedrige Resultate gäbe, welche die Verluste geringer erscheinen lassen und zum Teil auch den Preis der Kaufrüben verbilligen können. Auf jeden Fall wohnt der alkoholischen Digestion in der üblichen Ausführung nicht die genügende Sicherheit inne, um auf ihr die Ausbeute- und Verlustrechnung aufzubauen.

Von den kalten Digestionsmethoden kann die **Alkohol-Brei-Polarisation** Stammer's ganz unberücksichtigt bleiben, da sie nach allgemeiner Ansicht oft ganz unmögliche Resultate gibt und daher kaum noch in Gebrauch ist. — Die **kalte wässrige Digestion** Pellet's eignet sich nur für die Untersuchung eines sehr feinen Breies und gibt dann Zahlen, die von den nach der heissen wässrigen Digestion gefundenen nicht abweichen. Sie kommt für die Untersuchung von Schnitzelproben kaum in Betracht, da man aus diesen groben Brei, besonders in der zur Erzielung einer guten Durch-

schnittsprobe notwendigen grossen Mengen, viel leichter herstellen kann, als feinen Brei. Dieser neigt oft dazu, einen Teil des Saftes abzusondern, ist schwer mischbar, endlich leicht der Verdunstung unterworfen und Apparate zu seiner Herstellung aus Schnitzeln haben sich grade in Deutschland wenig eingeführt, zumal sie meist schwer zu reinigen und daher für häufigere Untersuchungen wenig brauchbar sind. Mit Leichtigkeit gewinnt man dagegen feinen Brei aus ganzen Rüben, also für die Untersuchung von Kaufrüben oder Stecklingsrüben für die Samenzucht, durch eine Anzahl noch zu beschreibender Vorrichtungen, und für diese Untersuchungen, die meist Massenuntersuchungen sind, empfiehlt sich daher die kalte wässrige Digestion sehr, besonders auch durch die Schnelligkeit, mit der sie zu arbeiten gestattet.

Um also kurz zusammenzufassen, so ist die alkoholische Extraktion die gegebene Methode für Analysen, die absolute wissenschaftliche Genauigkeit erfordern, besonders auch, weil sie keiner nur rechnungsmässigen, also immer ungenauen Korrektion für das Volumen des Rübenmarkes bedarf.

Für alle Zwecke der Betriebskontrolle und besonders für die Verlustbestimmung gibt die heisse wässrige Digestion schnell und auf einfachem und billigem Wege genaue Resultate. Für die Verwendung einer wässrigen Methode für die Verlustbestimmung spricht dabei noch die Erwägung, dass dann sowohl der eingeführte Zucker als auch die Zwischen- und Endprodukte in dem gleichen Lösungsmittel gelöst zur Untersuchung kommen. Der Einfluss des optisch-aktiven Nichtzuckers, soweit ein solcher Einfluss wirklich vorhanden ist, wird auf diese Weise nach Möglichkeit ausgeschaltet, da diese Stoffe (abgesehen von den Veränderungen, die sie durch den Gang der Fabrikation erleiden, über die aber nichts Genaues

bekannt ist) das Analysenergebnis des Rohmaterials, wie auch der Endprodukte im entsprechenden Verhältnis verändern werden. Bei Anwendung einer alkoholischen Methode für die Untersuchung des eingeführten Zuckers müssten dagegen folgerichtig auch Zwischen- und Endprodukte in alkoholischer Lösung untersucht werden.

Für die Untersuchung ganzer Rüben empfiehlt sich die Anwendung der kalten, wässrigen Digestion, am besten in einer der für den Massenbetrieb vorgeschlagenen neueren Modifikationen von Sachs-Ledócte, Krüger usw.

Die alkoholische Digestion verdient, als ungenau, unbequem und kostspielig endgiltig aus den Laboratorien der Zuckerfabriken ausgeschlossen zu werden.

Untersuchungs-Ergebnis.

Bei der Betrachtung der Untersuchungsergebnisse der frischen Schnitzel darf es nicht auffallen, wenn das Mittel der Untersuchungen während längerer Zeiträume bedeutend abweicht von dem eventuell regelmässig festgestellten durchschnittlichen Zuckergehalt der angefahrenen Rüben, da die Rüben während der Aufbewahrung, des Schwemmens und Waschens Einwirkungen der verschiedensten Art unterliegen, die den Zuckergehalt beeinflussen und in der Regel wohl vermindern.

Zu beachten ist ferner, dass durch die eigentümlichen Verhältnisse bei der Probenahme und Untersuchung der frischen Schnitzel die Wahrscheinlichkeit, dass die Versuchsfehler nach der Seite eines zu hohen Zuckerbefundes neigen, grösser ist als die umgekehrte Möglichkeit. Bei der Probenahme können leicht die weniger Zucker haltenden kurzen und schmutzigen Schnitzel nicht im genügenden Verhältnis

ergriffen werden, die Proben können bei der Aufbewahrung und noch mehr beim Zerkleinern und in der Zeit bis zum Abwägen der zerkleinerten Probe etwas Wasser durch Verdunsten verlieren, und diese Fehler tragen sämtlich dazu bei, den Gehalt an Zucker zu hoch finden zu lassen. Diesen Umständen wird später Rechnung zu tragen sein, wenn man die Menge des in die Diffusion eingeführten Zuckers mit der des im Diffusionssaft und in den Rückständen wieder gefundenen Zuckers vergleicht.

b) Menge des im Diffusionssaft gewonnenen Zuckers.

Durchweg wird in den Fabriken die Menge des abgezogenen Diffusionssaftes durch Messung festgestellt, obwohl Verwiegung in jeder Hinsicht vorteilhafter wäre, einerseits wegen der grösseren Genauigkeit, andrerseits weil die wechselnde Dichte des abgezogenen Saftes zum Ausdruck käme und dadurch rationelleres Arbeiten möglich würde. Aber der Mangel an einfachen und billigen Apparaten zum Verwiegen des Saftes hat die Messung das einzige Mittel werden lassen, das zur Bestimmung der Menge des Saftes dient.

Das Messen geschieht in der Mehrzahl der Fabriken in offenen Vorwärmern und wird kontrolliert durch Schwimmervorrichtungen, durch Beobachten des Saftstandes in Saftstandgläsern oder durch besondere Kontrollapparate, wie den allgemein bekannten von Rassmus. Alle diese Massnahmen genügen nicht für eine genaue Kontrolle; die Anzeigen des Schwimmers, also auch der von Schwimmern abhängigen selbsttätigen Kontrollapparate werden in wechselnder Weise beeinflusst durch die Schaumdecke auf der Flüssigkeit und durch Veränderungen in der Länge der Schwimmerschnur,

ferner haben alle diese Vorrichtungen den Übelstand, dass in der Zeit vom Erreichen der Marke bis zum Schliessen des Ventils auch bei aufmerksamer Bedienung eine Menge Saft zufliesst, die nicht mit gemessen wird.

Diese Übelstände werden vermieden durch Messen des Saftes in besonderen Messkästen, die mit einem Überlauf versehen sind, sodass der überlaufende Saft in die Diffusionsbatterie zurückkehrt. Die Grösse derartiger Messkästen wird bestimmt nicht durch Ausmessung, wo kleine Messfehler schon erhebliche Fehler bei der Berechnung des Rauminhalts verursachen können, sondern durch Auswägen mit Wasser bei der Normaltemperatur. Der Überlauf ist verstellbar eingerichtet, sodass jederzeit die Menge des Abzuges von der Batterie leicht geändert werden kann. Der Einfluss und der Ausfluss werden an Stelle von Ventilen besser durch Schieber mit Hebelvorrichtung verschlossen, die schneller gehandhabt werden können, sodass die Menge des überfliessenden Saftes sehr gering ist. Ein solcher Messkasten ermöglicht bei aller Einfachheit eine sehr genaue Messung des Saftes, und da gegenwärtig das Bestreben herrscht, die offenen Vorwärmer, deren unzulängliche Leistung und vielfachen Nachteile bekannt sind, immer mehr durch geschlossene Vorwärmer mit schnellem Saftstrom zu ersetzen, so sollte gleichzeitig nicht übersehen werden, für die bessere Messung des Diffusionssaftes durch Einfügung geeigneter Messvorrichtungen Sorge zu tragen. Um für die genaue Messung des Saftes die nötige Temperaturkorrektion zu gewinnen, muss man dessen mittlere Temperatur feststellen, entweder durch häufige Ablesung eines Thermometers, das in der Abflussleitung angebracht ist, oder besser durch ein selbstregistrierendes Thermometer. Die regelmässige Bedienung

des Messkastens sichert man durch die erwähnten Kontrollapparate.

Um die Dichte des Diffusionssaftes festzustellen, die man ausser dem Volumen und der Temperatur für die Berechnung des Saftgewichtes braucht, sowie für die Bestimmung des Zuckergehaltes wird eine Durchschnittsprobe entnommen. Man kann zu diesem Zwecke in sehr verschiedener Weise vorgehen: eine fortlaufende Probe aus einem kleinen Hähnchen in der Abflussleitung oder am ersten Vorwärmer entnehmen, oder Einzelproben von jeder einzelnen Füllung der Messkasten nehmen, wobei darauf zu achten ist, dass die Dichte des Saftes in verschiedener Höhe des Messkastens wesentlich verschieden ist, man kann schliesslich sich auch mit einer geringeren Zahl von Einzelproben begnügen, die man mit der Spindlung einer Durchschnittsprobe vergleicht. Dieser letztere Modus ist zu empfehlen, wenn man der Wirkung der Konservierungsmittel misstraut, die in den anderen Fällen unbedingt zur Anwendung kommen müssen, da der Diffusionssaft sonst leicht und sehr schnell in Zersetzung übergehen kann. Auf jeden Fall bereitet es keine unüberwindlichen Schwierigkeiten, eine genaue Durchschnittsprobe auf die eine oder die andere Weise zu erhalten, deren spezifisches Gewicht und Zuckergehalt nach einfachen Methoden mit Sicherheit festgestellt werden kann. Bei der Untersuchung durch die bekannte Methode des Abmessens des Diffusionssaftes im 100 ccm-Kölbchen, Auffüllung mit Bleiessig zu 110 ccm und Ablesung des Zuckergehaltes aus den Schmitz'schen Tabellen bleibt der Einfluss des Volumens des Bleiessig-Niederschlages unberücksichtigt. Es ist dies insofern gerechtfertigt, als das Volumen dieses Niederschlages auch bei keiner anderen der Methoden zur Untersuchung der Ausgang-, Zwischen- und

Endprodukte Berücksichtigung findet, wohl hauptsächlich aus dem Grunde, weil es je nach Beschaffenheit und Zusammensetzung der Rübe und der aus ihr gewonnenen Produkte eine sehr verschiedene Grösse haben kann. Im allgemeinen wird man auch annehmen dürfen, dass dieser Niederschlag in derselben Fabrik alle Produkte im gleichen Verhältnis beeinflusst und dass sich sein Einfluss in der Verlustbestimmung daher annähernd aufhebt. Wenn man mit Sachs das Volumen des Niederschlages zu 0,7 ccm bei Verwendung von 100 ccm Saft zur Analyse ansetzt, so entspricht der dadurch verursachte Fehler im Höchstfalle einem Mehrbefunde von 0,1 % Pol. im Diffusionssafte und von etwa 0,12 % in der Verlustrechnung, d. h. der Verlust in der Diffusion würde um diesen Betrag zu niedrig gefunden werden.

Die Zahl der gefüllten Messkästen, deren Kubik-Inhalt, mittlere Temperatur des gemessenen Saftes und Dichte der Saft-Durchschnittsprobe geben dann die Grössen für die Berechnung des Saftgewichtes, während der Zuckergehalt der Durchschnittsprobe den anderen Faktor zur Berechnung der im Diffusionssaft gewonnenen Zuckermenge bietet, wie folgendes Beispiel veranschaulicht:

Verarbeitet 1000000 kg Rüben,
Abgezogen 324 Messkästen zu je 3,2 cbm,
Mittlere Temperatur des Saftes 25 ° C.,
Analyse des Saftes 15,5 Bx 13,18 Pol. 85,0 Quot.
15,5 Bx bei 17,5 C. entsprechen 15,0 Bx bei 25 C. = 1,06133 sp. Gew.
Also abgezogen $324 \times 3200 \times 1{,}061$ kg = **1100045** kg Saft,
1100045 kg Saft $\times$ 0,1318 = **144986** kg Zucker.

Ein ähnliches Verfahren wird in Belgien von der Steuerbehörde angewendet, um die Menge des in die Fabrik eingeführten Zuckers zu bestimmen, der Diffusionssaft wird in

ausgewogenen Gefässen gemessen, welche ganz gefüllt werden, bis der Saft über die Ränder überläuft. Von dem Inhalt wird automatisch eine Durchschnittsprobe entnommen, in welcher der Zucker in Volumprozenten bestimmt wird. Die Berechnung der eingeführten Zuckermenge wird dadurch sehr vereinfacht.

c) Bestimmbare Diffusionsverluste.

Zuckerverluste entstehen während des Diffusionsprozesses hauptsächlich nur durch den in den ausgelaugten Schnitzeln verbleibenden Zucker und durch den Zucker, der beim Entleeren der Diffuseure in dem ablaufenden Wasser verloren geht. Von sonstigen Verlusten, über die man sich Rechenschaft geben kann, sind nur noch eine Reihe mechanischer Verluste möglich, durch Saft, der in die Kalorisatoren der Batterie tritt, oder durch Saft, der direkt durch Nachlässigkeit verloren geht, durch schlecht abgedichtete Diffuseur-Verschlüsse abfliesst oder beim Einmaischen überfliesst. Derartige Verluste können bei genügender Überwachung nur äusserst selten eintreten und auch die Verluste durch die Kalorisatoren sind leicht zu erkennen, können also niemals eine nennenswerte Grösse erhalten, die auch nur $^1/_{100}$ % in der Verlustberechnung ausmacht. Alle diese Verluste können daher unberücksichtigt bleiben.

Verluste in den ausgelaugten Schnitzeln.

Die Menge oder das Gewicht der ausgelaugten Schnitzel kann nicht regelmässig direkt bestimmt werden, sondern man nimmt dafür meist bestimmte Normalzahlen an, indem man sie mit 80 bis 100 % der eingeführten frischen Schnitzel in die Verlustrechnung einsetzt. Diese Zahl ist verschieden, je

nach der Grösse der Diffuseure, der Arbeitsweise, der Menge auf 1 cbm und auch der Feinheit der in die Diffuseure eingefüllten Schnitzel. Nach Pellet beträgt bei der gewöhnlichen Arbeit mit Wasserdruck das Gewicht der ausgelaugten Schnitzel

Grösse der Diffuseure	Ausgelaugte Schnitzel
1,5—2 cbm	100 %
2—3 cbm	95
4—5 cbm	90—92
7 cbm und darüber	85—88

und bei Anwendung von Pressluft kommt man bis auf 80 % herunter.

Nach Claassen kann man die Summe der Prozentsätze der ausgelaugten Schnitzel und des Ablaufwassers genau bestimmen, da die „Füllung" eines Kubikmeters Diffusionsraum mit frischen Schnitzeln leicht berechnet werden kann aus Menge der verarbeiteten Rüben und Zahl und Rauminhalt der gefüllten Diffuseure, und da am Schlusse der Auslaugung in jedem Kubikmeter Diffuseurinhalt rund 1000 kg ausgelaugte Schnitzel und Wasser enthalten sind. Sind z. B. auf 1 cbm Diffuseurinhalt 550 kg frische Schnitzel gefüllt, so beträgt nach dem Ansatze

$$550 : 1000 = 100 : x$$

die Summe der Abfallprodukte 182 % des Rübengewichtes, bei 600 kg Füllung 167 % desselben. Bestimmt man dann einige Male durch direkten Versuch das Gewicht der ausgelaugten Schnitzel einzelner Diffuseure, so kann man deren Prozentsatz berechnen und den Rest für Ablaufwasser in Ansatz bringen. Auf jeden Fall sollte man sich nicht damit begnügen, eine beliebige Normalzahl für die Menge der ausgelaugten Schnitzel anzunehmen, sondern diese von Zeit zu

Zeit durch Gewichtsbestimmung beim Ausschiessen einzelner Diffuseure kontrollieren.

Viel genauer kann man aber nach dem Vorgange von Claassen verfahren, indem man das Gewicht der abgepressten Rückstände feststellt und in die Verlustrechnung einführt. Die Pressrückstände werden bei ihrer Abgabe an die Rübenlieferanten oder an Käufer bis auf den letzten Zentner genau verwogen, es ist dann nur noch nötig, eine gute Durchschnittsprobe von ihnen zu entnehmen und diese zu untersuchen, um den Hauptverlust in der Diffusion auf's Genaueste festzustellen. Diese Methode empfiehlt sich schon darum, weil es viel leichter ist, von den Pressschnitzeln, die im Schnitzel-Sumpf, im Bagger und den Pressen schon eine Mischung erfahren haben, eine Durchschnittsprobe zu entnehmen, während gleichzeitig die Untersuchung dieser verhältnismässig trockenen Masse ein ungleich sicheres Resultat geben wird als die Untersuchung der ganz ungleichmässig feuchten ausgelaugten Schnitzel, die nach der Probenahme oft noch einen Teil ihres Wassers absondern, sodass es unmöglich ist, eine gut gemischte Probe zur Abwägung zu bringen.

Zur Untersuchung der Rückstände ist es in den meisten Fabriken üblich, die Rückstände zu zerkleinern, die zerkleinerte Masse auszupressen und den gewonnenen Presssaft zu untersuchen. Diese Methode ist wegen der Schnelligkeit, mit der sie Ergebnisse liefert, in der gewöhnlichen Betriebskontrolle vielleicht angebracht, obwohl für diesen Zweck die Untersuchung des aus den Schnitzelpressen laufenden Wassers noch bequemer ist, für die genaue Verlustbestimmung genügt sie jedoch nicht, zumal sie im allgemeinen zu niedrige Verluste anzeigt, nach Pellet *(Journ. des Fabr. 1904, Nr. 47)* bis um 0,25 %. Für die Verlustberechnung müssen vielmehr

ausgelaugte oder gepresste Rückstände einer Extraktion oder Digestion, in diesem Falle ohne Zweifel am vorteilhaftesten der heissen wässrigen Digestion, unterworfen werden.

Eine andere Möglichkeit, die Menge des in den Schnitzeln schliesslich verbleibenden Zuckers mit grosser Genauigkeit festzustellen, kann sich unter Umständen bieten, wenn die Rückstände zum Teil oder, wie bei dem Steffen'schen Brühsaft-Verfahren, sämtlich in Schnitzeltrocknungsanlagen getrocknet werden. Die getrockneten Rückstände werden in den meisten Fällen bald nach der Fertigstellung gesackt und gewogen. Man kann dann das festgestellte Gewicht und den Zuckergehalt der Trockenschnitzel benutzen zur Berechnung des nachweisbaren Verlustes der Diffusion (oder des sonst angewendeten Saftgewinnungsverfahren), indem man die Verluste in dem Teil der Schnitzel, welcher nicht getrocknet wird, in der bereits angegebenen Weise feststellt. Dieses Verfahren bietet gar kein Bedenken in den Fällen, wo die Trocknung der Schnitzel durch Dampf erfolgt, da hierbei die Temperatur im Trocknungsraum etwa um 100 ° liegt, eine Überhitzung der Schnitzel also oder überhaupt eine Erhitzung auf Temperaturen, bei welchen Zuckerzerstörung eintritt, nicht eintreten kann. Bei der direkten Trocknung mittels Feuerungsgasen ist eine Überhitzung der Schnitzel viel eher möglich; wie diese aber den Zuckergehalt beeinflusst, ist vorläufig eine offene Frage. Indessen bietet die zur Kontrolle der Schnitzeltrocknung übliche Bestimmung des Wassergehaltes der Schnitzel vor und nach dem Trocknen, wenn man diese mit einer Bestimmung des Zuckergehaltes verbindet, ein bequemes Mittel, um in jedem Falle festzustellen, ob Zucker zerstört worden ist oder nicht; unbedingte Voraussetzung dabei ist allerdings, dass genaue Durchschnittsproben der Presslinge

und der Trockenschnitzel genommen werden. — Für die Untersuchung der Trockenschnitzel ist bei stark zuckerhaltigen Schnitzeln (Zuckerschnitzeln nach Steffen) die alkoholische Extraktion vorzuziehen, da bei dem höheren Markgehalte, welchen die Trockenschnitzel gegenüber frischen Schnitzeln besitzen, die übliche Korrektion für das Markvolumen nicht anwendbar ist und Untersuchungen über dessen Grösse bisher nicht vorliegen; und zwar wird der Extraktion in allen Fällen eine Nachextraktion folgen müssen, da das Material, welches stark aufquillt, nur sehr schwer vollständig zu extrahieren ist. Für gewöhnliche Trockenschnitzel ist bei deren niedrigem Zuckergehalt der Einfluss des Markvolumens nur unwesentlich und dürfte das Analysenergebnis nur um höchstens 0,1 ° Pol., um welche der Zuckergehalt zu hoch erscheint, beeinflussen. Man kann also in diesem Falle die heisse wässrige Digestion, mit der gebräuchlichen Korrektion für das Markvolumen, anwenden.

Ist der Zucker in den Rückständen durch Verwiegung und Analyse der Presslinge oder der Trockenschnitzel bestimmt, so erfordert die Verlustrechnung noch die Bestimmung der Menge und des Zuckergehaltes des Presswassers, falls dieses vom Ablaufwasser getrennt gehalten wird. Die Menge ergibt sich aus der Differenz zwischen ausgelaugten und gepressten Rückständen, also z. B. 90 % ausgelaugte Schnitzel — 55 % Presslinge = 35 % Presswasser (da der Zuckergehalt des Presswassers viel geringer ist, übt in diesem Falle die Annahme von Normalzahlen, auch wenn diese nicht genau stimmen, keinen merklichen Einfluss auf die Richtigkeit der Rechnung aus), eine Durchschnittsprobe des Presswassers ist mittels später zu beschreibender Einrichtungen leicht zu nehmen. Jedoch kann für die Verlustbestimmung die Be-

stimmung des in dem Presswasser verloren gehenden Zuckers ganz vermieden werden, wenn das Presswasser zu dem Ablaufwasser zurückgeführt wird und nur dessen Menge und der Zuckergehalt seiner Durchschnittsprobe bestimmt wird.

Verluste durch das Ablaufwasser.

Nach dem Gesagten ist es leicht, für die Menge des Ablaufwassers genügend genaue Zahlen anzunehmen. Beträgt z. B. die Füllung durchschnittlich 550 kg, so beträgt die Summe der Abfallprodukte 182 %, eine Zahl, die sich noch etwas erhöht durch das zur Ausspülung des Diffuseurs dienende Wasser, welches ja das Ablaufwasser verdünnt. Nimmt man also rund 190 % Abfallstoffe an und das festgestellte Gewicht der Presslinge mit 55 %, so bleiben rund 135 % für Ablaufwasser, die sich eventuell mit 100 % auf Ablaufwasser und mit 35 % auf Presswasser verteilen, wenn man diese beiden getrennt hält. In diesem Falle bedarf man natürlich der Entnahme zweier Durchschnittsproben, je einer vom Presswasser und Ablaufwasser, deren Zuckergehalt gesondert bestimmt wird. Wie bereits gesagt, unterliegt die summarische Schätzung dieser nur schwach zuckerhaltigen Wässer keinem Bedenken, denn wie die Rechnung lehrt, haben selbst beträchtliche Fehler der Schätzung auf die Verlustberechnung nur einen Einfluss, der die Grenzen der möglichen Versuchsfehler längst nicht erreicht; z. B. ergeben bei 0,10 % Zuckergehalt 135 % Ablaufwasser einen Verlust von 0,14 %, aber 145 % Ablaufwasser einen Verlust von 0,15 %, der Unterschied fällt also garnicht in's Gewicht. Noch unwesentlicher sind die Differenzen, wenn man das gesamte Ablaufwasser in verschiedenem Verhältnis auf Presswasser und Ausschiesswasser verteilt annimmt.

Beispiel:

90 % Ausschiesswasser zu 0,10 % Zucker. + 45 % Presswasser zu 0,25 % Zucker = 0,20 % Verlust;

100 % Ausschiesswasser zu 0,10 % Zucker + 35 % Presswasser zu 0,25 % = 0,19 % Verlust.

d) Gibt es unbestimmbare Verluste in der Diffusion?

Vergleicht man die Menge des in den frischen Schnitzeln eingeführten Zuckers mit der Menge des Zuckers, der im Diffusionssaft, den ausgelaugten Schnitzeln und dem Ablaufwasser wiedergefunden wird, so findet sich nur selten eine auch nur annähernde Übereinstimmung. Zuweilen ist die Menge des wiedergefundenen Zuckers grösser als die Menge des eingeführten, und dann ist die Erklärung für diesen Umstand leicht dadurch zu geben, dass dann unbedingt ungenügende oder falsche Betriebskontrolle vorliegt, besonders dass die Menge des eingeführten Zuckers in ungenügender Weise bestimmt ist. Häufiger aber und in den überwiegenden Fällen wird die umgekehrte Beobachtung gemacht; Diffusionssaft und die analytisch bestimmten Verluste decken nicht die Gesamtmenge des eingeführten Zuckers, sondern die Rechnung ergibt noch weitere Verluste, die sogenannten nicht nachweisbaren oder unbestimmbaren Verluste. Es entsteht dann die Frage: sind diese Verluste nur scheinbare, d. h. auf Fehler in Gewichtsbestimmung, Probenahme und analytischer Untersuchung zurückzuführen oder sind es wirklich unbestimmbare Verluste? — Nimmt man letzteren Fall an, so handelt es sich weiter darum, ob durch den Abbau im Saft gelöster, polarisierender Stoffe Substanzen von geringerem oder völlig aufgehobenem Drehungsvermögen entstanden sind, ob also nur Polarisationsverluste vorliegen, oder aber ob wirklich im

Verlauf der Diffusion durch irgend welche Ursachen Zucker zerstört worden ist, ob wirkliche Zuckerverluste entstanden sind. Diese Fragen sind bisher auf die verschiedensten Weisen beantwortet worden und, um ein Urteil darüber abzugeben, wird es vor allem nötig sein, die wichtigsten Untersuchungs- und Versuchsergebnisse der letzten Zeit auf diesem Gebiete zusammenzustellen, wobei zwei Gruppen zu unterscheiden sein werden: im regelmässigen Fabrikbetriebe gewonnene Ergebnisse und Ergebnisse besonderer, vom Betriebe losgelöster Fabrik- oder Laboratoriumsversuche.

Betriebsergebnisse über Diffusionsverluste.

In seiner mehrfach erwähnten Arbeit „Über die unbestimmbaren Verluste bei der Rübenzuckerfabrikation, insbesondere bei der Diffusionsarbeit“ *(Korresp.-Bl. 1893, 169)* führt Claassen folgende Durchschnittzahlen der Verlustbestimmungen einer Fabrik aus 3 Kampagnen an.

Tabelle 7.

Diffusionsverluste nach Claassen.

Kampagne	Diffusionsverluste			Sonstige Verluste			Gesamtverlust	Bemerkungen.
	nachgewiesen	unbestimmbar	Gesamt	nachgewiesen	unbestimmbar	Gesamt		
I	0,40	**0,54**	0,94	0,10	0,03	0,13	1,07	normale Rüben und normale Verarbeitung.
II	0,58	**0,60**	1,18	0,12	—	0,11	1,29	normale Rüben und normale Verarbeitung.
III	0,52	**0,54**	1,06	0,14	0,35	0,49	1,55	völlig unreife Rüben; Säfte verkochen sich schwierig u. langsam im Vakuum.

In 2 Wochen, in denen die Verlustbestimmungen besonders sorgfältig gehandhabt wurden, betrugen die

	Diffusionsverluste	
Woche	Gesamt	unbestimmbar
1	1,27 %	**0,70 %**
2	1,25 %	**0,78 %**

Zur Kontrolle wurde in der 1. Woche noch ein einzelner Versuch über 12 Diffuseure unter den strengsten Vorsichtsmassregeln angestellt, er ergab folgende Verlustberechnung:

Zucker in den Rüben . . . . . 12,48 %
Zucker in 125,2 % Diffusionssaft mit 9,17 % Pol. . . 11,48 %

Gesamt-Diffusionsverlust: 1,00 %

Davon nachgewiesen:
in 80 % ausgel. Schnitzeln mit 0,45 Pol. = 0,36 %
in 110 % Ablaufwasser mit 0,16 % Pol. = 0,18 %

also bestimmter Verlust: 0,54 %

unbestimmter Verlust: **0,46 %**

Invertzuckergehalt der Schnitzel . . . . . 0,16 %
Invertzucker im Diffusionssaft, bezogen auf 100 Rüben 0,26 %
Zunahme des Invertzuckergehalts . . . . . 0,10 %

Beachtenswert ist bei diesem Versuche, dass trotz der hohen unbestimmbaren Verluste nur eine geringe Zunahme des Invertzuckers beobachtet wurde, dass sie also durch Zerstörung von Zucker nicht erklärbar sind.

Ungefähr aus denselben Kampagnen stammen die folgenden Wochen-Verlustberechnungen von Schnell, die in 3 Fabriken festgestellt wurden, unter Berücksichtigung aller notwendigen Vorsichtsmassregeln, allerdings wurde die alkoholische Digestion für die Untersuchung der frischen Schnitzel angewendet. *(Centralblatt 1894/95, 496.)*

Tabelle 8.

Diffusionsverluste nach Schnell.

Diffusionsverluste	
Gesamt	Unbestimmbar
0,48	0,12
0,55	0,17
0,50	0,15
0,42	0,09
0,48	0,07
0,43	0,07
0,48	0,10
0,39	0,06
0,52	0,15
0,55	0,19
0,39	0,10
0,51	0,14
0,38	0,11
0,39	0,07
0,36	0,11
0,44	0,12
0,44	0,13
0,39	0,06
0,40	0,09
0,45	0,15

Die unbestimmbaren Verluste sind hier also sehr niedrig und schwanken zwischen nur **0,06** und **0,19 %**.

Derselbe Beobachter stellte für eine ganze Kampagne bei einem Gesamtverlust von 1,02 % einen gesamten unbestimmbaren Verlust von 0,47 % fest, davon war unbestimmbarer Verlust der Diffusion **0,12 %**. Der höchste von ihm in einer

Woche beobachtete unbestimmbare Diffusionsverlust betrug 0,31 % *(Centralblatt 1895/96, 362)*.

Weisberg führt in dem erwähnten Bericht über „Die Verluste in den Zuckerfabriken", den er dem 1. Internationalen Kongress für angewandte Chemie vorlegte *(Vereinszeitschr. 1894, 879)*, die Zahlen einer französischen Fabrik aus der Kampagne 1893/94 an, die bei rund 1000000 dz Rübenverarbeitung 0,50 % nachweisbare und **0,13** % unbestimmbare Verluste hatte.

Eine deutsche Fabrik hatte nach Pini *(Vereinszeitschr. 1895, 430)* in der Kampagne 1893/94 0,68 % unbestimmbaren Gesamtverlust, in der Kampagne 1894/95 1,25 % Gesamtverlust, davon 0,48 % unbestimmbar, und zwar **0,30** % unbestimmbare Diffusionsverluste. Die Verlustbestimmung geschah in der von Claassen angegebenen Weise.

Von den Angaben Pellet's führten wir oben (S. 30) schon einen Betriebsversuch an, der sich über 500 dz erstreckte und einen unbestimmbaren Diffusionsverlust von ausgerechnet 0,01 % ergab, andere (nicht genauer beschriebene) Versuche über Tagesverarbeitungen von 2000 dz gaben zwischen 0,12 % Gewinn bis 0,15 % unbestimmbaren Verlust, im Durchschnitt der ganzen Woche aber einen unbestimmbaren Verlust von nur **0,03** %! *(Vereinszeitschr. 1895, 1057.)*

Ähnliche verblüffende Übereinstimmungen zeigen die Beispiele, die Pellet in seiner späteren Arbeit gibt als Beweis für seine Theorie, dass es unbestimmbare Verluste in der Diffusion nicht gibt, deren er nach seinen Worten noch viele geben könnte *(Bull. de l'Assoc. 1898/99, 535)* und welche wir in folgender Tabelle zusammenfassen:

Tabelle 9.

Diffusionsverluste nach Pellet.

Kampagne	Verarbeitete Rüben dz	Zuckergehalt %	eingeführter Zucker kg	Diffusions-Saft hl	Zucker Vol. %	im Saft gewonnener Zucker kg	nachgewiesene Verluste %	nachweislich verlorener Zucker kg	im ganzen wiedergefundener Zucker kg	unbestimmbarer Gewinn oder Verlust an Zucker kg	% auf Rüben
1896/97	514 492	12,78	6 577 426	576 196	11,08	6 385 568	0,39	199 798	6 585 366	+ 7 940	+0,02
1897/98	91 390	13,88	1 269 918	101 487	12,12	1 229 984	0,36	33 843	1 263 827	— 6 091	—0,07
„	103 950	13,91	1 445 658	112 910	12,43	1 403 845	0,38	40 186	1 444 031	— 1 627	—0,02
„	99 657	14,15	1 410 344	105 608	13,07	1 380 380	0,40	40 281	1 420 661	+ 10 317	+0,10
zugesamt	3 344	15,17	50 728	3 904	12,66	49 424	0,40	1 337	50 761	+ 33	+0,01
„	5 258	14,32	75 294	6 057	12,23	74 076	0,37	1 945	76 021	+ 727	+0,14
„	5 698	14,97	85 300	6 718	12,24	82 228	0,39	2 222	84 450	— 850	—0,15

Pellet erhält bei Versuchen, die sich über grössere und kürzere Zeiträume erstreckten, also bald Überschüsse bis zu 0,14 %, bald Verluste bis zu 0,15 %, und in grösseren Zeiträumen gleichen sich diese Schwankungen im allgemeinen aus, sodass weder Verlust noch Gewinn zu verzeichnen ist.

Ein wesentlich anderes Bild zeigen die schon einmal erwähnten Verlustzahlen einer deutschen Fabrik (Dormagen), die an der von Sachs geleiteten gegenseitigen Kontrolle teilnimmt *(Notes sur le controle chimique des sucreries, S. 51)*.

Tabelle 10.

Diffusionsverluste in Dormagen nach Sachs

Kampagne	unbestimmbare Verluste		
	in der Diffusion	sonstige	im ganzen
1893/94	**1,01**	0,31	1,32
1894/95	**1,01**	0,30	1,31
1895/96	**0,53**	0,50	1.03
1896/97	**0,36**	0,46	0,82
1897/98	**0,31**	0,59	0,90
1898/99	**0,22**	0,56	0,78
1899/00	**0,14**	0,68	0,82*

* Diese Zahl weicht von der unten angegebenen ab, da Sachs die Ergebnisse mehrerer Wochen nicht einrechnen konnte.

aus welchen hervorgeht, dass durch Verbesserungen der chemischen Kontrolle die unbestimmbaren Verluste der Diffusion auf ein niedriges Mass zurückgehen, während die Summe der unbestimmbaren Verluste die gleiche, um 0,80 % schwankende Höhe innehält.

Diese Verbesserungen der Kontrolle bestehen nach Claassen in der Einführung von Methoden der Probenahme, die eine Zersetzung des Diffusionssaftes (durch Gährung oder Mikroorganismen) ausschliessen; er fand dann teils keine, teils geringere unbestimmbare Verluste in der Diffusion, im Mittel der Kampagne von **0,1 — 0,2 %**. Dieses Ergebnis bestätigen ihm private Mitteilungen von Brendel, der in einer russischen Fabrik niedrige unbestimmbare Verluste bis zu **0,3 %** mit Sicherheit nachwies, auch bei ganz streng kontrollierten Einzelversuchen, die sich auf einzelne Tage erstreckten *(Centralblatt 1902/03, 79)*. Trotz des Sinkens der unbestimmbaren Diffusionsverluste fand aber Claassen immer noch unbestimmbare Gesamtverluste von beträchtlicher Höhe,

1898/99 = 0,79 % auf Rüben
1899/00 = 0,59
1900/01 = 0,47
1901/02 = 0,83

allerdings bei Rüben, die niemals völlig reif waren, und zwar um so höhere unbestimmbare Verluste, je weniger reif die Rüben waren.

Über das Verhältnis, in welchem sich die bestimmbaren und unbestimmbaren Gesamtverluste verteilen, und über den Anteil, der davon auf die Arbeit in der Diffusion entfällt, gibt folgende neuere Zusammenstellung der Verlustzahlen der Fabrik Dormagen noch genaueren Aufschluss *(Centralblatt 1903/04, 1143)*.

Tabelle 11.
Verluste in Dormagen.

	Kampagne 1901/02	Kampagne 1902/03	Kampagne 1903/04
A. Gesamtverlust	1,53	1,50	1,23
davon bestimmbar	0,70	0,73	0,67
„ unbestimmbar	0,83	0,77	0,56
B. Verlust in der Diffusion . . .	0,64	0,70	0,63
davon bestimmbar	0,52	0,55	0,53
„ unbestimmbar	**0,12**	**0,15**	**0,10**
C. Verlust bei der Saftreinigung, Verdampfung u. Verkochung	0,89	0,80	0,60
davon bestimmbar	0,18	0,18	0,14
„ unbestimmbar	0,71	0,62	0,46

Bei den erwähnten Verlustbestimmungen, welche nur über 24 Stunden ausgedehnt wurden, sodass sich die Kontrolle viel sorgfältiger handhaben liess als im laufenden Betriebe einer ganzen Woche und bei welchem sich auch die Untersuchung des Diffusionssaftes in Einzelproben als allein richtig erwies, hat Brendel *(Centralblatt 1903/04, 903)* gefunden, dass der unbestimmbare Verlust in der Diffusion zuweilen bis auf 0,4 % stieg und dann wieder = 0 war. Entsprechend zeigte der Diffusionssaft beim Stehenlassen einen starken Polarisationsverlust bei grossem Säuregehalt, während die Zunahme des Invertzuckers gering war, im anderen Falle keinen Polarisationsrückgang und normalen Säuregehalt. So fand er beim Stehenlassen von Diffusionssaft, der folgende Zusammensetzung hatte:

10,43 Zucker, 0,25 Invert, 6,5 ccm $^1/_1$ Alkali für 100 ccm, nach $1^3/_4$ Stdn.:

9,64 Zucker, 0,48 Invert, 18,0 ccm $^1/_1$ Alkali für 100 ccm,

sodass an Stelle von 0,79 Zucker nur 0,23 Invertzucker, aber eine Menge Säure, entsprechend 11,5 ccm $^1/_1$ Normal-Alkali getreten war. Danach ist also mit dem unbestimmbaren Zuckerverlust eine starke Säuerung des Diffusionssaftes verbunden.

Auch Schnell bestätigt als Ergebnis der von ihm fortgesetzten Untersuchungen, dass niedrige unbestimmbare Diffusionsverluste im durchschnittlichen Betrag von **0,2 %** von ihm immer festgestellt wurden, während ihre grösste Höhe 0,3 % betrug, wobei dann aber meist anormales Rübenmaterial oder anormale Arbeitsverhältnisse vorlagen *(Centralblatt 1902/03, 148)*.

Schliesslich hat noch Mügge *(Vereinszeitschr. 1904, 719 u. 888)* in jüngster Zeit mitgeteilt, dass bei einem durchschnittlichen Gesamtverlust von 1,20 % nach seinen langjährigen Beobachtungen ein unbestimmbarer Gesamtverlust von 0,60 %, der unter ungünstigen Verhältnissen, bei der Verarbeitung mastiger Rüben, noch um 0,4 % stieg, festzustellen ist. Da man nach den als zuverlässig anzunehmenden Ergebnissen der belgischen Kontrolle (siehe Tabelle 4) den unbestimmbaren Verlust vom Diffusionssaft ab mit mindestens 0,40—0,50 % einsetzen kann, so würde auch diese Feststellung dafür sprechen, dass der unbestimmbare Verlust in der Diffusion in der Regel 0,10—0,20 % beträgt und nur in Ausnahmefällen auf 0,50—0,60 % steigt.

Ganz eigenartige Zahlen über die Höhe der unbestimmbaren Diffusionsverluste, wonach diese 1,5—2,00 % betragen sollen, verbreiten neuerdings Steffen *(Vereinszeitschr. 1903, 717)*, Rapp *(D. Z. 1903, 1812)*, Dewald *(D. Z. 1904, 228)* und andere Anhänger des sogen. „Brühsaft-Verfahrens“. Nach Dewald wurde aus Rüben, deren Zuckergehalt nach der

zugestandenermassen falsch ausgeführten heissen alkoholischen Digestion auf 14,25 % ermittelt war, gewonnen

10,38 %	Zucker I	von 95,68	Pol.	= 9,93
2,67 %	Füllmasse II	„ 67,70	„	= 1,81
11,00 %	Zuckerschnitzel	„ 34,00	„	= 3,74
	Dazu nachgewiesener Verlust im Scheideschlamm			= 0,24
			zusammen	15,72 % Zucker,

d. i. 1,47 % Zucker mehr, als scheinbar eingeführt war, sodass also bei dem Diffusionsverfahren, bei welchem bisher etwa 0,7 % bestimmbarer und anscheinend kein unbestimmbarer Gesamtverlust (also auch kein unbestimmbarer Diffusionsverlust) entstanden war, tatsächlich ein unbestimmbarer Verlust von 1,5 % aufträte, der allein als Zuckerzerstörung in der Diffusionsbatterie aufzufassen wäre. Abgesehen davon, dass dieser Verlust nur indirekt errechnet ist, die Grundlagen dieser Rechnung nach privaten Mitteilungen übrigens nach den endgiltigen Ermittlungen nach Schluss der Kampagne wesentlich günstiger für das Diffusionsverfahren ausfallen, können Verlustbestimmungen, bei welchen nicht einmal die Menge des eingeführten Zuckers richtig ermittelt ist, auf wissenschaftlichen Wert keinen Anspruch machen und es muss daher bis jetzt als unbewiesen betrachtet werden, dass unbestimmbare Diffusionsverluste von 1,5—2,0 % auftreten.

Ergebnisse besonderer Versuche.

Während also die Ergebnisse von Betriebsuntersuchungen zum überwiegenden Teile dahin gehen, dass unbestimmbare Verluste auftreten, wenn auch über ihre Höhe keine Sicherheit herrscht, so haben die Versuche, die entweder im Grossen, aber ohne Zusammenhang mit dem Diffusionsprozess, oder

im Kleinen in Nachahmung des Diffusionsprozesses bisher angestellt wurden, fast übereinstimmend ergeben, dass unbestimmbare Verluste dabei nicht beobachtet werden.

Herzfeld fand bei den Versuchen, die er zur Aufklärung der Frage mittels einer kleinen Diffusionsbatterie anstellte, welche unter genau den gleichen Bedingungen arbeitete wie im Grossbetriebe, dass bei heisser Arbeit unbestimmbare Verluste entweder garnicht oder nur in geringer Höhe vorkommen, während unbestimmbare Verluste in Höhe von 1 % und mehr nur auf Irrtümer bei der Bestimmung der Anfangs- oder Endpolarisation zurückgeführt werden können. Dies gilt auch für sogenannte anormale Rüben, für die gleichfalls kein nennenswerter unbestimmbarer Verlust beobachtet wurde. *(Vereinszeitschr. 1891, 295.)*

Tabelle 12.

Verluste bei den Diffusionsversuchen von Herzfeld.

Versuch	Verwendete Rüben	unbestimmbare Verluste
1.	Schossrüben	0,03
2.	Rüben aus dem Rheinland, die bei der Verarbeitung auffällige unbestimmbare Verluste gezeigt hatten	0,04
3.	Rüben aus Sachsen, ebenso	0,03
4.	wie ad 2.	0,00
5.	saftarme Rüben	0,32
6.	von Peronaspera befallene Rüben	0,02
7.	Frostrüben	0,17

Die Diffusionstemperatur während der Versuche betrug 80—88°, die Kontrolle der Versuche geschah unter absolut genauer Entnahme von Durchschnittsproben, wie sie im Grossen garnicht möglich ist.

Ebenfalls keine unbestimmbaren Verluste ergaben Auslaugungsversuche, die Claassen im Anschluss an den oben (S. 80) mitgeteilten Diffusionsversuch und in den beiden Wochen, die einen unbestimmbaren Diffusionsverlust von 0,70 und 0,78 % zeigten, anstellte. Ein mit 3000 kg Schnitzel gefüllter Diffuseur wurde 7-mal hintereinander je 5 Minuten mit Wasser von 70—80° in Berührung gebracht, der Saft abgezogen und seine Menge und Zuckergehalt genau bestimmt, ebenso die Menge und der Zuckergehalt der Rückstände. Es ergab sich folgende Verlustberechnung:

Tabelle 13.

Verluste bei Auslaugungsversuchen nach Claassen.

	Woche 1		Woche 2	
In den Rüben eingeführter Zucker . . .	12,02		12,10	
Im Saft gewonnener Zucker	12,05	12,09	11,86	12,01
Zucker in den ausgelaugten Schnitzeln	0,04		0,15	
Unbestimmbarer Verlust	0,0		0,09	

Folgerungen.

Bei Betrachtung der im Betriebe gewonnenen Ergebnisse ergibt sich, dass mit Ausnahme Pellet's sämtliche Beobachter unbestimmbare Verluste festgestellt haben. Über die Höhe dieser unbestimmbaren Verluste findet man zuerst sehr abweichende Angaben, die von etwa 0,10—1,00 % schwanken, in neuerer Zeit scheint dagegen allgemein anerkannt zu werden, dass in Betrieben, in denen die Verluste unter Beobachtung aller gebotenen Massnahmen bestimmt werden, in denen in normaler Weise gearbeitet wird und in denen ein völlig ausgereiftes und normales Rübenmaterial

zur Verarbeitung vorliegt, die unbestimmbaren Verluste gering sind und etwa 0,10—0,30 % betragen, während sie diese Grenze nur ausnahmsweise überschreiten. Erst in allerjüngster Zeit tritt dann die Behauptung wieder auf, dass die unbestimmbaren Verluste in der Diffusion 1,5—2,0 % erreichen können.

Scheinbare Verluste und Gewinne.

Unbestimmbare Verluste in Höhe von 0,10—0,30 % erscheinen sehr leicht erklärlich, und zwar wird man sie zum Teil als scheinbare Verluste ansprechen müssen. Darauf deutet es wenigstens, wenn Versuche in kleinerem Massstabe, wie die zuletzt angeführten von Herzfeld und Claassen, bei denen wirklich genaue Durchschnittsproben genommen werden und Vorsichtsmassregeln getroffen werden konnten, wie es in der gleichen Weise im Grossbetriebe unmöglich ist, keinerlei unbestimmbare Verluste ergaben. Im Grossbetriebe ist die Zahl der Proben, die von dem Rübenmaterial entnommen werden können, so gering, dass die Gewissheit, eine richtige Durchschnittsprobe zu erhalten, nie voll besteht. In ähnlicher Weise ist die Bestimmung der Verluste in Schnitzeln und Ablaufwasser und die Entnahme der Durchschnittsprobe des Diffusionssaftes unvermeidlichen Fehlerquellen unterworfen, dazu kommen ferner die Fehler, die durch die Analyse selbst entstehen, um Fehler bis zu 0,20 % zu viel oder zu wenig in der Differenz zwischen eingeführtem und gewonnenem Zucker ungezwungen erklären zu können. Unberücksichtigt sind dabei noch die Fehler, die durch die Art der Aufbewahrung der Proben und ihre Vorbereitung entstehen, noch ganz abgesehen von den Fehlern, die ausserdem durch ungenügende und nachlässige Aufbewahrung auftreten können.

Durch das Austrocknen der Schnitzel in der Zeit von einer Probenahme zur anderen, während der Zerkleinerung in den Hackmaschinen und nach der Zerkleinerung bis zum Abwiegen wird fast unvermeidlich der Zuckergehalt der Schnitzelprobe zu hoch gefunden werden. In derselben Richtung wirkt es, dass bei der Probenahme mit der Hand leicht die längeren Schnitzel gefasst werden, während das Mus und die schmutzigen Teile der Probenahme entgehen. Man kann demgemäss mit der Wahrscheinlichkeit rechnen, dass selbst in den günstigsten Fällen der Zuckergehalt der Schnitzel um 0,10 %, möglicher Weise bis 0,20 % durchschnittlich zu hoch gefunden wird. Entsprechend kann leicht im Diffusionssaft zu wenig Zucker gefunden werden, da dieser äusserst leicht infiziert werden kann und dann schnell in Zersetzung übergeht, allerdings kann dieser Fall durch genügende Vorsicht bei Entnahme von Einzelproben ausgeschlossen werden.

In umgekehrter Richtung wirkt es, wenn der Zuckergehalt der Rüben zu niedrig ermittelt wird. In einer Anzahl von Fabriken werden die grob gehackten Schnitzel nur kurze Zeit (15—30 Minuten) mit Alkohol digeriert, dann werden die Kolben mit Inhalt abgekühlt, zur Marke aufgefüllt, gemischt und sofort filtriert, ehe sich der Zucker gleichmässig in der Flüssigkeit verteilt haben kann, zu welchem Zwecke die Proben in diesem Falle 2 Stunden unter öfterem Umschütteln stehen bleiben müssten. In den Diskussionen über das „Brühsaft-Verfahren“ ist von verschiedenen Seiten zugegeben worden, dass die alkoholische Digestion in dieser falschen Weise ausgeführt worden ist, (vergl. *Vereinszeitschr. 1904, 623*) und es ist erklärlich, dass dann der eingeführte Zucker um 0,5—1,5 % zu niedrig gefunden wird. Fabriken, in denen dies der Fall ist, täuschen

sich — zuweilen mit Bewusstsein — über die Höhe der Verluste und können allerdings nicht nur keine unbestimmbaren Verluste, sondern auch die zeitweilig angegebenen scheinbaren Gewinne an Zucker haben, von welchen v. Lippmann berichtet *(Vereinszeitschr. 1903, 157)* und welche in einem Falle 1,1 % betrugen, während 15 andere Fabriken gleichfalls keinen unbestimmbaren Verlust, sondern in der Mehrzahl scheinbare Gewinne hatten. Dagegen entspricht die weitere Behauptung Steffen's und seiner Anhänger, dass die gebräuchlichen Rübenuntersuchungsmethoden überhaupt nicht die gesamte Menge des in den Rüben vorhandenen Zuckers angeben und dass demnach in allen Fällen die Betriebskontrolle die unbestimmbaren Verluste bei der Diffusion zu niedrig erscheinen liesse, keineswegs den Tatsachen, da Herzfeld *(Vereinszeitschr. 1904, 623)*, Strohmer *(D. Z. 1904, 477)* und Herrmann *(Centralblatt 1903/04, 1143)* durch direkte Versuche nachwiesen, dass eine dem Steffen'schen Brühsaft-Verfahren nachgebildete Untersuchungsmethode keineswegs, wie behauptet worden war, einen höheren Zuckergehalt der Rübe angibt, als die üblichen Untersuchungsmethoden, wenn diese nur in der wissenschaftlich richtigen Weise ausgeführt werden. Nach theoretischen Überlegungen ist dies auch garnicht anders zu erwarten, da das Brühsaft-Verfahren im Grunde nichts als eine heisse wässrige Digestion ist. Die weitere Behauptung, dass unmittelbar nach dem Zerschneiden der Rübe durch Enzyme (Oxydasen) eine wesentliche Zuckerzerstörung eintritt, hat nach theoretischen Überlegungen und praktischer Erfahrung gleichfalls keine Wahrscheinlichkeit, weil es im Wesen der Enzyme liegt, dass ihre Wirkungen proportional der Zeit verlaufen, während in diesem Falle innerhalb einiger Minuten etwa 1—2 % Zucker zerstört

werden müssten, innerhalb der darauf folgenden Dauer der Aufbewahrung bis zu 4 Stunden aber, wie aus vielfacher Erfahrung feststeht, nicht die geringste Menge Zucker zerstört wird.

Polarisationsverluste.

Kann man nach dem oben Gesagten unbestimmbare Verluste bis zu 0,30 % schon allein durch die Mängel der Probenahme und der Untersuchungsmethoden erklären, so ist doch auch die Möglichkeit nicht ausgeschlossen, dass es sich hierbei um wirkliche „unbestimmbare" Verluste, in Gestalt von Verlusten an Polarisations-Graden, handelt. Bestimmt lässt sich aber diese Frage nicht entscheiden, weil eben einerseits die uns zu Gebote stehenden analytischen Methoden zu ungenau sind, um überhaupt festzustellen, ob unbestimmte Verluste von geringerer Höhe vorliegen, und weil uns ferner Methoden zur Unterscheidung des Zuckers von anderen drehenden Stoffen nicht bekannt sind, wenigstens nicht für die Anwendung auf Rüben-Untersuchung, während für die Untersuchung von Zwischen- und Endprodukten die Inversions-Polarisation nach Clerget ein solches Mittel bietet. Sodann ist unsere Kenntnis der den Zucker in der Rübe begleitenden anderweitigen organischen, die Ebene des polarisierten Lichtes drehenden Stoffe und der unorganischen, die Drehung der Saccharose verändernden Stoffe noch zu gering, und noch geringer ist die Kenntnis von ihrem Verhalten während der einzelnen Stadien der Fabrikation, von den Zersetzungen, die sie dabei erleiden, und inwieweit sie dabei zur Ausscheidung kommen. Wir wissen nur, dass ein Teil der den Zucker begleitenden Stoffe im Laufe der Fabrikation zur Zersetzung oder Ausscheidung gelangt, inwieweit aber an diesen Vor-

gängen die drehenden Stoffe beteiligt sind, entzieht sich noch unserer Kenntnis. Tritt eine solche Zersetzung oder Ausscheidung ein, wie doch zu einem gewissen Grade wahrscheinlich ist, so muss natürlich damit ein Polarisationsverlust verknüpft sein. Die Möglichkeit zu einem solchen unbestimmbaren Verluste ist also vorhanden, und zwar mit grösserer Wahrscheinlichkeit in dem Teile der Fabrikation bis zur Scheidesaturation und Schlammfiltration einschliesslich, während nach diesen Stationen die Möglichkeit für Polarisationsverluste sehr gering scheint, da chemische Mittel nicht mehr zur Einwirkung auf den Saft kommen und die Polarisationsverluste der Säfte durch Wärme allein nach Versuchen sehr gering sind. Für die Scheidung selbst sind nach noch zu besprechenden Versuchen von Herzfeld unbestimmbare Verluste gleichfalls nicht nachgewiesen, sodass für Polarisationsverluste einzig und allein im Diffusionsprozess sich Gelegenheit böte. In der Tat könnte man sich ja vorstellen, dass die drehenden Begleiter der Saccharose langsamer und unvollständig durch die Zellmembran diffundierten, während sie bei den Rüben-Untersuchungsmethoden aus den zerrissenen Zellen, vielleicht noch begünstigt durch die Wirkung des Bleiessigs vollständig ausgespült würden. Indessen finden diese Annahmen vorläufig keine Stütze, im Gegenteil sprechen die von Herrmann (siehe Seite 92) angeführten Versuche dagegen, bei welchen die heisse wässrige Digestion mit Untersuchungsmethoden verglichen wurde, welche dem Brühsaft-Verfahren und der Diffusion nachgebildet waren. Dieselben Rüben ergaben z. B.:

A. Frische Schnitzel, grob gehackt, heisse wässrige Digestion **15,63** Zucker.

B. 500 g derselben Schnitzel in 2 l siedendes Wasser

eingeworfen, nach 4 Minuten 100 ccm Bleiessig zugefügt und ¾ Stunden digeriert; Gewicht der abgekühlten Mischung 2552 g, das Filtrat enthält 3,11 % Zucker. Da 500 g Schnitzel 25 g Mark enthalten, so enthält die Mischung (2552—25) . 0,0311 = 78,58 g Zucker = **15,72** % Zucker der fr. Schnitzel.

C. 500 g derselben Schnitzel mit 2 l kaltem Wasser angesetzt, in ¾ Stunden bis 85° erwärmt, 100 ccm Bleiessig zugesetzt und noch ¾ Stunden digeriert; Gewicht der Mischung 2108 g, Filtrat 3,76 % Zucker, daher Zucker in 500 g Schnitzel = (2108—25) . 0,0376 = 78,32 g = **15,66** % Zucker in den fr. Schnitzeln.

Nach diesen Versuchen kann man eher annehmen, dass der bei der heissen wässrigen Digestion erzeugte Saft die drehenden Nichtzuckerstoffe annähernd im gleichen Verhältnis aufnimmt wie der Diffusionssaft, und dass diese drehenden Stoffe sich in beiden Flüssigkeiten dem Bleiessig gegenüber gleich verhalten. Jedoch bleibt der allgemein giltige Beweis, dass dies in allen Fällen zutrifft, noch offen und die Frage, ob während des Diffusionsvorganges Polarisationsverluste auftreten, wird erst dann genau beantwortet werden können, wenn man solche rechtsdrehenden Begleiter des Zuckers nachgewiesen hat, die während der Diffusion ausgeschieden oder in Körper von geringerem Drehungsvermögen verwandelt oder gespaltet werden. Derartige Nachweise sind bisher noch nicht geführt worden.

Pellet ist der Ansicht, dass ein Polarisationsverlust während der Diffusion nicht stattfinde und dass die Polarisationsgrade der eingeführten Schnitzel sich vollständig im Diffusionssaft, in den ausgelaugten Schnitzeln und im Ablauf-

wasser wiederfinden, und er stützt diese Behauptung darauf, dass Polarisationsverluste sich durch ein entsprechendes Sinken des Quotienten des Diffusionssaftes bemerklich machen müssten, während nach seinen Beobachtungen die Reinheit des Diffusionssaftes eine Grösse ist, die von Schicht zu Schicht und sogar im Laufe der ganzen Kampagne sich nur wenig und sehr allmählich ändert. Jedoch kann dieser Beweis nicht gelten. Wie Pellet selbst sagt *(Bull. de l'Assoc. 1898/99, 530)*, geben Polarisationsverluste entsprechende Reinheitsverluste, wenn die Materie nicht aus der Batterie in Form von Gasen oder sich ausscheidenden Stoffen entfernt wird. Nun ist aber doch die Abscheidung von festen Stoffen infolge von Verlusten an polarisierender Substanz sehr leicht denkbar, sodass die Dichte des Saftes dadurch im gleichen Verhältnis geändert werden könnte wie die Zahl der Polarisationsgrade. Ferner würden doch die etwaigen Polarisationsverluste von Anfang an und in wenig wechselndem Masse auftreten, sodass eben der Diffusionssaft von Anfang an eine niedrigere Reinheit hätte, die nicht zu wechseln brauchte. Schliesslich kommen aber auch die niedrigen Polarisationsverluste, die vielleicht denkbar sind, im Quotienten nur in Schwankungen zum Ausdruck, die sehr wohl zwischen den einzelnen Schichten beobachtet werden. Z. B. hat ein Saft von 14,0 Bx und 12,0 Pol. einen Quotienten von 85,7; ein Saft von 14,0 Bx und 11,7 Pol. einen Quotienten von 83,6; derartige Differenzen kann man aber täglich feststellen. Der Mangel an starken Schwankungen der Quotienten der Diffusionssäfte oder die Nichtbeobachtung einer Abnahme der Quotienten sind also kein Beweis dafür, dass in der Diffusion keine Polarisationsverluste auftreten, am wenigsten, wenn diese nur gering wären.

Zuckerzerstörung durch Inversion.

Es fragt sich schliesslich, ob während des Diffusionsvorganges Zerstörungen an Zucker möglich sind oder vorkommen. Solche Zerstörungen könnten zurückgeführt werden auf Inversion der Saccharose durch die begleitenden Säuren oder auf Zerstörung des Zuckers durch die Tätigkeit von Mikroorganismen oder Enzymen. In beiden Fällen müsste diese Zerstörung kenntlich werden, in letzterem durch Bildung von Gasen, Schleim, Säuren und Invertzucker, in ersterem durch die Entstehung von Invertzucker allein. Die Rolle der Mikroorganismen, ebenso die der Enzyme in der Fabrikation ist ein Gegenstand, dessen Wichtigkeit ein besonderes Kapitel rechtfertigt; die Zersetzung durch Inversion kann kürzer behandelt werden, da eine solche nach allgemeiner Ansicht im Diffusionssaft nicht in nennenswertem Masse eintritt.

Die Zunahme des Invertzuckers während des Diffusionsvorganges hat Claassen analytisch verfolgt, indem er die von ihm entsprechend modifizierte Volpert'sche Titriermethode für die Bestimmung des Invertzuckers anwendete *(D. Z. 1891, 294; 1892, 1371; 1893, 337; Centralblatt 1895/96, 793)*. Die von ihm während mehrerer Kampagnen erhaltenen Resultate ergaben übereinstimmend, dass die Zunahme des Invertzuckers nur gering ist, wie folgende Tabelle zeigt, in welcher der Kürze halber nicht die Zahlen sämtlicher Wochen, sondern nur die von je einigen Wochen aus dem Anfange, aus der Mitte und vom Ende der Kampagnen sowie die Durchschnittzahlen der ganzen Kampagne angeführt sind.

Tabelle 14.

Invertzuckergehalt der Rüben und des Diffusionssaftes nach Claassen.

Woche	Rüben		Diffusionssaft		
	Zucker	Invertzucker	Zucker	Invertzucker	Invertzucker % auf Rüben
		Kampagne 1892/93.			
6	12,97	0,11	10,07	0,18	
7	12,82	0,12	9,96	0,17	
10	13,10	0,14	10,17	0,21	
11	13,18	0,13	9,94	0,20	
15	12,16	0,13	9,34	0,22	
16	12,60	0,13	9,47	0,23	
Durchschnitt	12,51	0,13	9,66	0,19	0,23
		Kampagne 1893/94.			
2	13,45	0,10	10,5	0,18	
3	13,16	0,10	10,4	0,14	
6	13,15	0,12	10,2	0,29	
7	13,33	0,11	10,5	0,18	
11	12,69	0,12	9,7	0,29	
12	12,28	0,12	9,5	0,32	
Durchschnitt	13,12	0,11	10,17	0,24	0,28
		Kampagne 1894/95.			
2	12,91	0,08	9,95	0,17	
3	13,10	0,12	10,26	0,19	
6	13,35	0,14	10,50	0,22	
9	14,00	0,14	11,03	0,24	
10	14,01	0,14	11,21	0,24	
15	12,66	0,17	10,21	0,26	
17	12,18	0,18	10,03	0,26	
18	12,51	0,18	9,82	0,26	
Durchschnitt	13,26	0,14	10,53	0,23	0,26

Woche	Rüben		Diffusionssaft		
	Zucker	Invert-zucker	Zucker	Invert-zucker	Invertzucker % auf Rüben
Kampagne 1895/96.					
1	15,85	0,14	12,42	0,22	
2	15,43	0,16	12,16	0,22	
6	15,00	0,17	11,63	0,25	
7	15,00	0,16	11,41	0,23	
11	14,21	0,17	10,77	0,25	
12	14,20	0,17	10,86	0.24	
Durchschnitt	14,92	0,16	11,59	0,23	0,28

Die Menge des Invertzuckers in der Rübe betrug also 0,13—0,11—0,14—0,16 % (= 1,04—0,84—1,05—1,07 % auf 100 Teile Zucker), im Diffusionssaft 0,19—0,24—0,23—0,23 (= 1,96—2,35—2,19—1,98 % auf 100 Teile Zucker) und schwankt nur in sehr engen Grenzen. Auf 100 Teile Rüben berechnet, betrug demnach die Zunahme des Invertzuckers im Diffusionssaft nur 0,10—0,17—0,12—0,12 % gegenüber dem Invertzuckergehalt der Schnitzel.

Besondere Beachtung verdient, dass dieses Verhältnis gegen Ende der Betriebswochen nicht zunimmt, sodass die Invertzuckerbildung nicht auf Gährung oder die Tätigkeit von Mikroorganismen zurückgeführt werden kann, da natürlicher Weise die Infektion mit Gährungserregern im Laufe der Woche zunehmen müsste. Es kann also nur eine invertierende Wirkung der in der Rübe enthaltenen Säuren auf die Saccharose oder andere Kohlehydrate vorliegen, der Säuregehalt der verarbeiteten Rüben war allerdings nur gering, da zur Neutralisation von 100 ccm Diffusionssaft nur 2,5—2,7 ccm Normalsäure (Indikator Phenolphtalëin) verbraucht wurden.

Dass der Diffusionssaft wirklich durch die ihn begleitenden Säuren beim Erhitzen eine Inversion erleidet, bewies Jesser durch Versuche im kleinen *(D. Z. 1897, 22)* und stellte die Grösse dieser Inversion fest nicht durch Bestimmung des Invertzuckers, sondern aus der Vermehrung der Säuremenge, die sich bei der Behandlung des Diffusionssaftes mit Kalk bildet, da Invertzucker beim Erhitzen mit Kalk in organische Säuren übergeführt wird. Er fand, dass die Menge des gebildeten Invertzuckers je nach den Jahren verschieden war, dass aber im ungünstigsten Falle die Menge des gebildeten Invertzuckers beim Erhitzen des Saftes bis zum Kochen 0,15 % nicht überstieg. Während des Diffusionsvorganges selbst muss also die Inversion des Saftes noch wesentlich geringer sein. Seine Beobachtungen bestätigen also direkt die Untersuchungen von Claassen.

Es ergibt sich daraus, dass unbestimmbare Verluste an Zucker, aber in sehr geringer Höhe, und 0,1 bis 0,15 % auf keinen Fall übersteigend, durch Inversion der Saccharose während des Erhitzens des Diffusionssaftes in der Batterie vielleicht möglich sind. Dass jedoch die Zerstörung von Zucker in grösseren Mengen bis zu 0,3—0,5 % durch Inversion des Diffusionssaftes ausgeschlossen ist, ergibt sich daraus, dass 100 Teile Invertzucker bei der Scheidung und Saturation 102,2 Teile Kalksalze mit einem Gehalt von 23,3 % CaO bilden, diese letzteren Kalksalze aber sich leicht mit Alkalien umsetzen und eine entsprechende Menge freier Alkalität zerstören. Es würde also jedes Zehntel Prozent Invertzucker 0,0233 Alkalität neutralisieren und 0,102 % Nichtzucker bilden, was auf eine Füllmasse-Ausbeute von 15 % auf Rüben schon einen Alkalitätsrückgang von 0,153 CaO und die Bildung von 0,68 % Nichtzucker ausmachte. Das Vorhandensein von

0,3 % Invertzucker z. B. müsste sich also dann durch einen äusserst auffälligen Alkalitäts-Rückgang während der Fabrikation und durch eine ebenso auffällige Vermehrung des Nichtzuckers in den Füllmassen kenntlich machen. Da beides nur in Perioden ganz abnormer Arbeit beobachtet wird, so scheint dadurch der völlige Beweis geliefert, dass Zerstörung von Zucker in grösseren Mengen unter Invertzuckerbildung im normalen Betriebe der Diffusion nicht möglich ist.

e) Sind die Mikroorganismen die Ursachen von unbestimmbaren Diffusionsverlusten?

Wenn infolge von Inversion durch den Einfluss von Säuren oder der Hitze keine Zerstörung von Zucker eintritt, so fragt es sich noch, ob durch die Lebenstätigkeit von Mikroorganismen Zuckerverluste während der Diffusion entstehen. Diese Vermutung lag nahe genug, seitdem man gewisse aussergewöhnliche Erscheinungen während der Diffusionsarbeit, das Auftreten starker pilzartiger Wucherungen und massenhafter Schleimbildung sowie das Entstehen von Gasen und explosiven Gasgemischen in der Batterie auf die Tätigkeit kleinster Lebewesen zurückzuführen gelernt hat und damit einen Begriff gewonnen hatte, einen wie ausserordentlich günstigen Nährboden diese Organismen unter gewissen Umständen im Diffusionssaft finden können. Zur Entscheidung der Frage wird es nötig sein, die Arten und Lebensbedingungen dieser Organismen sowie die Untersuchungen über ihre Tätigkeit in der Diffusionsbatterie nach den heutigen Kenntnissen über dieses wichtige, aber von der wissenschaftlichen Forschung noch ziemlich vernachlässigte Gebiet darzustellen.

Während anfangs sogar Scheibler *(Vereinszeitschr. 1874, 309)* die als „Froschlaich" allgemein bekannten und gefürchteten gallertartigen Schleimbildungen in der Diffusion für ausgetretenes Rübenplasma hielt, und das Auftreten von wasserstoffhaltigen Gasen unter anderen von Chevron *(Vereinszeitschr. 1873, 501)* durch die Annahme erklärt wurde, dass die sauren Diffusionssäfte auf die eisernen Wandungen der Diffuseure unter Bildung von Wasserstoff angreifend einwirkten, kam man in der Folgezeit bald allgemein zu der Ansicht, dass beide Erscheinungen nur auf die Tätigkeit von Mikroorganismen zurückzuführen wären. Für das Auftreten von Gasen in den Diffuseuren gab Dèherain *(Vereinszeitschr. 1884, 269)* die noch jetzt allgemein geltende Erklärung, dass diese Gase durch Gährung entstehen, welche durch die den Schnitzeln anhaftende Erde und die darin enthaltenen Bodenbakterien hervorgerufen wird, wie denn diese Erscheinung nur beobachtet wird bei der Verarbeitung sehr schmutziger Rüben, die durch die Wäsche nicht vollständig vom Schmutz befreit werden können. Die bakterielle Natur des „Froschlaiches" wurde zuerst im Jahre 1878 von Cienkowski erkannt; im gleichen Jahre erkannte van Tieghem die Erzeuger dieser Gallertmassen als Mikroben und nannte sie wegen ihrer Ähnlichkeit mit der grünen Algengattung Nostoc, und weil ihnen jedoch das grüne Chlorophyll fehlte, Leuconostoc. Eine vom bakteriologischen Standpunkt einwandfreie Beschreibung dieses Spaltpilzes gaben aber erst Liesenberg und Zopf *(Vereinszeitschr. 1896, 443)*. Seine Schädlichkeit in der Zuckerfabrikation beruht hauptsächlich auf dem Vermögen, sich unter günstigen Bedingungen ausserordentlich schnell zu vermehren und durch Umwandlung des Zuckers in der Zelle unter gleichzeitiger Quellung der Membran

ungeheure Gallertmassen auf Kosten des Zuckers zu bilden. Diese Varietät des Leuconostoc, von welcher Fig. 1 eine Reinkultur in natürlicher Grösse, Fig. 2 einzelne Individuen stark vergrössert zeigt, bildet sich nur auf zuckerhaltigen Nährstoffen, während auf zuckerfreien Nährböden die Zellen keine Gallerthülle besitzen. Leuconostoc greift die Saccharose an, indem er diese vorher invertiert, dabei wird Milchsäure und Gas gebildet. Er entwickelt sich zwischen 11—40 °, am besten bei 30—35 °, verträgt höhere Temperaturen nicht, über 40—43 ° hört seine Lebenstätigkeit auf, und bei 87—88 ° wird er in feuchtem Zustande getötet. Die Gallertmassen, welche durch Leuconostoc und andere Organismen in zuckerhaltigen Lösungen gebildet werden, der sogen. Froschlaich, bestehen nach Winter *(Centralblatt 1903/04, 979)* nicht, wie vielfach irrtümlich angenommen wird, aus Dextran, sondern aus einer nicht einheitlich zusammengesetzten, der Cellulose ähnlichen Substanz, welche er Cellulan nennt, und aus welcher erst durch Spaltung,

Fig. 1.

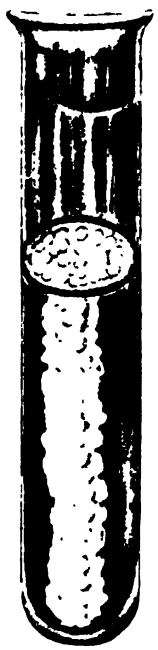


Fig. 2.

wie durch Kochen mit Kalkmilch, Dextran entsteht. Eine (vermutlich aber nur sehr geringe) Erhöhung der Rechtsdrehung der Fabrikationsprodukte, welche die scheinbaren Verluste verdecken könnte, als Folge des Auftretens von Froschlaich ist daher erst nach erfolgter Saturation möglich. In der Diffusion kann der Leuconostoc höchstens auf die scheinbaren Verluste erhöhend wirken, da er hauptsächlich die Dextrose des Invertzuckers verzehrt und die Lävulose zurücklässt, während die erzeugte Milchsäure noch weiter invertierend wirkt. Zur Bildung grosser Gallertmassen führt Leuconostoc keineswegs regelmässig, sondern nur unter gewissen günstigen Umständen, so besonders wenn Erschütterungen der Flüssigkeit bei mittleren Temperaturen stattfinden.

Während Leuconostoc und ein anderer, Bacterium pediculatum genannter Organismus die Gallerte durch Quellung ihrer Membran hervorrufen, sind ferner einige Bakterien beschrieben worden, welche schleimige Massen erzeugen, indem sie den Zucker ausserhalb der Zelle in Schleim und gummiartige Stoffe überführen. Hierher gehört der von Kramer beschriebene Bacillus viscosi sacchari, welcher Rohrzucker unter Bildung von Kohlensäure und Mannit in Schleim umwandelt, der ein Kohlehydrat von der Formel $C_{10} H_6 O_5$ darstellt. Ein ähnlicher Spaltpilz ist Bacterium gelatinosum betae, *(Vereinszeitschr. 1896, 448)* welcher Zucker in Schleim und Alkohol unter schwacher Gasbildung und Säuerung verwandelt und längere Zeit auf 100° erhitzt werden kann, ohne an Lebensfähigkeit einzubüssen.

Sind die drei letztgenannten Arten nur vereinzelt und selten aufgefunden worden, so beobachtete Laxa einen von ihm beschriebenen, gleichfalls Gallertmassen bildenden wärme-

liebenden (thermophylen) Bacillus, den er Clostridium gelatinosum nannte, nahezu in allen Zuckerfabrikprodukten. Dieser Bacillus ist ein Stäbchen, welches bei der Sporenbildung oft zitronenförmige, gegen die Spitze verschmälerte Formen annimmt, tritt oft auch fadenförmig auf, wobei er runzlige gallertartige Überzüge auf dem Nährboden bildet, und invertiert und zerstört Saccharose, indem Alkohol, Kohlensäure, Milchsäure und flüchtige Säuren als Stoffwechselprodukte entstehen, seine Sporen halten ein Erhitzen auf 150° während 15 Minuten gut aus, und der Bacillus selbst verträgt eine Temperatur von 90° eine halbe Stunde lang, indessen hört bereits bei 58° sein Wachstum auf. Sein Temperaturoptimum liegt bei 37°. *(Böhm. Zeitschr. 1897/98, 376; 1901/02, 122.)*

In neuester Zeit hat sich mit der Feststellung der Mikroorganismen in den Zwischenprodukten der Zuckerfabrikation eingehend Schöne beschäftigt, dessen Angaben wir z. T. schon oben folgten. *(Vereinszeitschr. 1901, 453; 1904, 1060.)* Er fand im wesentlichen vier Gruppen von Lebewesen in den Säften, nämlich

1. Leuconostoc und sonstige schleimbildende Kokken,
2. Bacter. Coli-artige Bakterien,
3. Bacillus mesentericus- und Bacillus subtilis-artige Bazillen,
4. Indifferente und zufällige Organismen.

In der ersten Gruppe wies Schöne ausser dem Leuconostoc noch drei andere schleimbildende Kokken und Kurzstäbchen nach, unter deren Lebenstätigkeit sich ausserdem regelmässig Gas und organische Säuren entwickeln. Von den Coliartigen Bakterien fand er vier Arten im Diffusionssaft, aber auch im Dicksaft und Vakuum. Diese zeichnen sich durch Widerstandsfähigkeit gegen Wärme und durch starke Gasbildung

aus. Die günstigste Temperatur für ihre Entwicklung liegt zwischen 42—50°. Die gebildeten Gase bestehen hauptsächlich aus Kohlensäure und Wasserstoff, letzterer in Mengen von ca. 55—90 %. Mit der Entwicklung dieser Bakterien ist als Folge der Zuckerzerstörung immer ziemlich starkes Auftreten organischer Säuren verbunden, in einem Fall entsprach die in 15 Stunden aus 100 ccm einer 10 %igen Zuckerlösung gebildete Säure einer Menge von 1,6 ccm ¼-Normal-Natronlauge, während gleichzeitig niemals Invertzucker nachgewiesen werden konnte. Zu der dritten Gruppe gehört das Clostridium gelatinosum von Laxa, dessen günstigste Entwicklungstemperatur Schöne auf 40—50° feststellte; es entwickelt unter Bildung schleimiger Gallerten wenig Gas, Essigsäure und Milchsäure, wahrscheinlich ist es der sogen. Buttersäurebazillus vieler Autoren, wenigstens konnte Schöne einen charakteristischen, Buttersäure bildenden Bazillus nicht finden. Ferner finden sich häufig Kartoffelbazillen, Bacillus mesentericus fuscus, welcher auf Rübensaft eine krause pergamentartige Haut bildet und Saccharose invertiert, und Heubazillen, Bacillus subtilis, welcher gleichfalls Zucker invertiert, wenig Säure bildet und Zuckerlösungen trübt. Die Kartoffel- und Heubazillen erscheinen in den Rohsäften durch die Glieder der anderen Gruppen zurückgedrängt, sind dagegen in den saturierten Säften Alleinherrscher. Dies ist leicht zu erklären durch ihre hohe Widerstandsfähigkeit und besonders die ihrer Sporen, welche zum Teil 16 Stunden lang der Einwirkung von Wasserdampf von 100° widerstehen. Die Glieder der vierten Gruppe, welche entweder Zucker nicht angreifen oder nur vereinzelt vorgefunden wurden, können als unwesentlich hier unbeachtet bleiben.

Nach Angaben von v. Niessen *(Vereinszeitschr. 1904, 903)* hat Raschkowitch aus Diffusionssäften 42 verschiedene Arten von Mikroorganismen in Reinkulturen züchten können, von denen jedoch nur 6 Zucker zerstörten; einige dieser Arten zeigten erst bei Temperaturen über 70° ihre beste Entwicklungsfähigkeit.

Die Angaben über die in der Zuckerfabrikation vorkommenden Arten der Mikroorganismen zeigen oft wenig Übereinstimmung, was in dem ganzen Charakter dieser Untersuchungen begründet ist, aber auch darauf hinweist, dass an verschiedenen Orten diese Verhältnisse durchaus verschieden liegen. So findet z. B. Laxa nur Clostridium, aber niemals Leuconostoc in den Säften und nach einer Äusserung Herzfeld's *(Centralblatt 1903/04, 1166)* ist sogar in der grossen Mehrzahl der von ihm beobachteten Fälle Leuconostoc garnicht die Ursache des Froschlaiches, da die Gallertbildung in zuckerhaltigen Flüssigkeiten eine allgemeine Folge der Tätigkeit der verschiedensten Organismen zu sein scheint, sodass man schon vielfach zweifelt, ob gerade Leuconostoc der gefährlichste Schädling ist. Ebenso unausgeglichen sind auch die Anschauungen über den Einfluss und die Wirkungen der Bakterien auf die Säfte während des Ganges der Fabrikation. Zwar unterliegt es keinerlei Zweifel, dass in gewissen abnormen Verarbeitungszuständen, bei denen starke Gasentwicklung oder Schleimbildung auftritt, eine beträchtliche Zuckerzerstörung durch die Mikroorganismen stattfindet. Heiss umstritten dagegen ist die Frage, ob die Mikroorganismen auch während des normalen Betriebes in merklicher Weise Zucker in den Säften, besonders bei der Diffusionsarbeit, zerstören und ob auf diese Weise die unbestimmbaren Verluste der Diffusion sich erklären lassen.

Im bejahenden Sinne beantwortet diese Frage Brendel *(Centralblatt 1899/00, 420)*. Er fand im normalen Betriebe, ohne dass sichtbare Anzeichen von Gährungserscheinungen vorlagen, die Wandungen der Diffusion, des Messkastens und aller Saftrohrleitungen mit einem ganz feinen schleimigen Anfluge bedeckt, der sich durch Kulturversuche als Leuconostoc erwies. Aus so infizierten Gefässen entnommener, normaler Betriebs-Diffusionssaft verlor in einer halben Stunde 0,30 ° Polarisation, in 2 Stunden 0,76 ° Polarisation. Da Brendel ferner durch Versuche feststellte, dass einem solchen Zuckerverluste eine Zunahme des Invertzuckers in gleicher Höhe nicht gegenüberstand, vielmehr einem Zuckerverlust von 0,5 % nur eine Invertzucker-Zunahme von 0,1 % entsprach, die auch tatsächlich von anderen Seiten (siehe die oben angeführten Untersuchungen Claassen's) im Diffusionssaft gegenüber den frischen Rüben immer festgestellt worden ist, so kam er zu der Anschauung, dass im normalen Verlaufe der Diffusion durch die Bakterien Zuckerverluste in Höhe von 0,4 — 0,5 % veranlasst werden, wobei die Mikroorganismen den Zucker vielleicht erst invertieren, dann aber sofort weiter in Säure, wie Milchsäure und andere organische Säuren, umwandeln. Die Bedingungen für diesen Zersetzungsprozess finden die Bakterien in den letzten Gefässen der Diffusion, wo durch das unreine Druckwasser die Keime in die Batterie gelangen und bei den dort vorhandenen, nicht allzu hohen Temperaturen genügend lange Zeit zur Einwirkung auf die Säfte finden. Diese Ansichten Brendel's, welche er in seinen neueren Untersuchungen (siehe S. 85) bestätigt fand, unterstützt Abraham *(Centralblatt 1901/02, 886; 1902/03, 855)*, indem er die Theorie aufstellt, dass bei dem meist fehlenden oder ungenügenden Schutz der Diffusionsbatterien gegen Abkühlung

von aussen nicht nur in den ersten und letzten Diffuseuren, sondern auch an den äusseren Schichten der heissesten Diffuseure Temperaturen unter 45 ° herrschen, sodass die zuckerzerstörende Tätigkeit der Mikroorganismen in allen Gefässen zur Wirkung kommen kann.

Zu vollkommen entgegengesetzten Anschauungen kommt vom rein bakteriologischen Standpunkte aus Laxa auf Grund der Beobachtung der Lebensbedingungen der Bakterien in den Säften *(Böhm. Zeitschr. 1899/1900, 423)*. Zwar gelangen nach ihm teils durch die den Schnitzeln anhaftende Erde, teils durch das Druckwasser eine genügende Anzahl Keime in die Diffusion und finden dort kurze Zeit die Bedingungen zu ihrer Weiterentwickelung, aber ihre Wucherung hört bereits bei 60—70 ° (bei dem am häufigsten auftretenden Bazillus, dem Leuconostoc, bereits bei 43 °) wieder auf, und nur die sporenbildenden Arten fangen dann, wenn die Temperatur auf 30—40 ° gesunken ist, wieder an weiter zu wuchern. Jedoch verbleibt der fertige Saft in den Messkästen und Vorwärmern nur kurze Zeit auf dieser Temperatur, um dann durch die Scheidung vollkommen sterilisiert zu werden. Laxa kommt daher zu dem Schlusse, dass bei normalem Gange der Diffusion Verluste an Zucker nicht zu befürchten sind, wohl aber bei einer Störung des Betriebes, wenn die Säfte längere Zeit in der Diffusionsbatterie verbleiben, während zugleich die Temperatur sinkt. Zu gleichen Ergebnissen führten die Untersuchungen Gonnermanns *(D. Z. 1905, 145)*, welcher besonders durch den Versuch feststellte, dass die mit dem Druckwasser oder mit den Rüben in die Batterie eingeführten Bakterien erst nach Ablauf mehrerer Stunden bei den Optimal-Temperaturen nennenswerte Mengen Zucker in Zuckerlösungen zerstörten, also in der kurzen Zeit, während

welcher in der Diffusion tatsächlich die günstigste Temperatur herrscht, garnicht wirken können.

Für die Ansicht, dass in sämtlichen Gefässen der Diffusionsbatterie eine starke Wucherung von Mikroorganismen und demgemäss auch eine Zerstörung von Zucker stattfinde, schienen nun die bakteriologischen Befunde von Schöne in seiner bereits erwähnten ersten Arbeit zu sprechen, die in folgender Tabelle zusammengefasst sind:

Tabelle 15.

Menge der Mikroorganismen im Diffusionssaft nach Schöne.

Art der Probe	1. Fabrik		2. Fabrik		3. Fabrik		4. Fabrik	
	°C.	Zahl der Keime	°C.	Zahl der Keime	°C.	Zahl der Keime	°C.	Zahl der Keime
in den frischen Schnitzeln	—	860	—	—	—	—	—	4 200
im Saft des aufgemaischten Diffuseurs	25	1 800 000	20	—	25	18 900	20	1 134 000
im Saft eines mittleren Diffuseurs	25	2 932 000	58	2 140 000	56	40 000	75	5 000
im Saft des letzten Diffuseurs	25	2 600 000	55	3 374 000	56	3 639 000	32	1 100 000
im Diffusionssaft des Vorwärmers	45	—	90	12 500	70	10 000	—	—
Saft der I. Saturation, unfiltriert		6		15		steril		einige
Saft der I. Saturation, filtriert		steril		106		7		4 700
Saft der II. Saturation		60		2		—		einige
Dicksaft		8 000		360		360		30 500
Dicksaft, über Holzwolle filtriert		1 400		—		60		400
Füllmasse aus dem Vakuum		einige		113		160		12 700

Wie jedoch Claassen überzeugend nachgewiesen hat *(Centralblatt 1902/03, 100)*, können die für die Diffusion gefundenen Zahlen unmöglich auf Genauigkeit Anspruch machen. Vollkommen ausgeschlossen ist es nach den Lebensbedingungen der Mikroorganismen, dass in einem mittleren Diffuseur, der normaler Weise eine Temperatur von 75° hat, die hohe Zahl von 3000000 Keimen auf 1 ccm vorhanden sein soll. Die Vermutung liegt daher nahe, dass Schöne sich vielleicht durch falsche Probenahme, etwa aus dem Raume direkt unter dem Deckel und unter Benutzung der Entlüftungshähne, die immer stark infiziert sein werden, hat täuschen lassen. Darauf deuten wenigstens die für normale Betriebe unmöglichen Temperaturen, die er für die mittleren Diffuseure angibt, und die ausserordentlichen Unterschiede in den Befunden bei den einzelnen Fabriken.

Tatsächlich hat nun S. Raschkowitch, Vorsteher des chemischen Laboratoriums des Vereins russischer Zuckerfabrikanten, über die Zahl der in den einzelnen Diffuseuren auftretenden Mikroorganismen ganz andere Befunde gemacht, als er diese nicht nur unter Beobachtung aller gebotenen bakteriologischen Kautelen, sondern auch unter Innehaltung der für den besonderen Zweck bei der Probenahme nötigen Vorsichtsmassregeln bestimmte, sodass seine Angaben unanfechtbar sind. Die Probenahme geschah durch ein vollkommen sterilisiertes Rohr, das in das Innere des Übersteigers eingeführt wurde, und erstreckte sich an demselben Diffuseur auf alle verschiedenen Stadien des Diffusionsvorganges. Folgende Tabelle gibt die Ergebnisse wieder *(Centralblatt 1902/03, 656)*:

Tabelle 16.

Menge der Mikroorganismen im Diffusionssaft nach Raschkowitch.

Nr.	Moment der Arbeit	Temperatur des Übersteigers	Menge der Bakterien auf 1 ccm Saft
1	Füllung mit Diffusionssaft	32,0	1 540 000
2	Abzug des Saftes nach dem Messgefäss	42,5	1 910 000
3	9. Diffuseur (vom Wasserrohr gerechnet)	71,0	2 000
4	8. „ „	73,0	1 000
5	7. „ „	72,0	600
6	6. „ „	68,0	800
7	5. „ „	61,5	200
8	4. „ „	54,2	400
9	3. „ „	53,8	100
10	2. „ „	45,5	200
11	1. „ „	39,5	100
12	Füllung mit Wasser vor dem Ablassen	31,5	100

Die Untersuchungen von Raschkowitch geben also folgendes Bild: Durch die mit den frischen Schnitzeln eingeführten Bakterien entstand in dem neu gefüllten Diffuseur eine starke Wucherung der Pilze, deren Lebenstätigkeit, obwohl die Diffusions-Temperatur nur 73° betrug, durch die höhere Temperatur des nächsten Diffuseurs sofort unterbunden wurde, sodass alle folgenden Diffuseure so gut wie steril waren. Obgleich ferner die Temperatur der Diffusion nach dem Ende zu rasch fiel, trat in den kälteren Diffuseuren, selbst bei einer Temperatur unter 45°, keine neue Entwicklung der Bakterien auf und wurde auch durch das hinzutretende Betriebswasser nicht verursacht. Zur Wirksamkeit konnten also die Bakterien nur in der höchstens 10 Minuten währenden Zeit des Aufmaischens und Abdrückens gelangen,

und es ist ausgeschlossen, dass in einer so kurzen Zeit merkliche Zuckerverluste stattfinden können.

Bei Fortsetzung dieser Arbeiten *(Centralblatt 1903/04, 1165)* hat Raschkowitch seine bisherigen Ergebnisse bestätigt gefunden. Er fand bei zwei Parallelversuchen:

im Saft beim Einmaischen	1 240 000	1 210 000	Keime
„ „ vor dem Abdrücken	1 780 000	1 440 000	„
„ „ des Messgefässes	2 120 000	1 580 000	„
„ letzten Diffuseur bei 70°	1 600	1 800	„

Wenn in der Fabrik steriles Wasser gebraucht wird, beträgt die Zahl der Keime im letzten Diffuseur sogar nur 100. Andererseits lassen die Zahlen erkennen, dass während des Abdrückens und des Aufenthaltes des Saftes im Messgefässe die Mikroorganismen sich ziemlich lebhaft vermehren, sodass die Gefahr der Zuckerzerstörung immer mehr steigt, je länger der Saft bei niederen Temperaturen verweilt. Es ist daher notwendig, den abgezogenen Saft möglichst bald auf Temperaturen zu bringen, bei welchen eine weitere Entwicklung der Mikroorganismen ausgeschlossen ist.

Wenn man nun, etwa aus dem Umstande, dass es Bakterien gibt, deren Lebenstätigkeit auch bei 70—80° noch nicht erlischt oder sogar um 70° am lebhaftesten ist, oder weil die Menge der Keime in dem nach den Messkästen abgedrückten Safte sehr rasch zunimmt, dennoch der Ansicht zuneigt, dass grössere Verluste an Zucker durch die Mikroorganismen entstehen, so müssten doch gewisse unvermeidliche Folgeerscheinungen dieser Tätigkeit, nämlich Bildung von Säuren, Invertzucker, Gasen und Gallertmassen deutlich zu beobachten sein. Dieses ist jedoch nur ausnahmsweise und unter abnormen Arbeitsverhältnissen der Fall.

Mit Bezug auf den Säuregehalt des Diffusionssaftes konnte Claassen auf Grund langjähriger Untersuchungen feststellen *(Centralblatt 1895/96, 793)*, dass der Säuregehalt im Verlauf der Arbeitswochen und Kampagnen fast garnicht schwankte und besonders gegen Ende nicht zunahm, wie als Folge der Tätigkeit von Mikroorganismen zu erwarten wäre. Der Säuregehalt war sehr niedrig, für die Neutralisation von 100 ccm Saft genügten 2,5—2,7 ccm Normal-Alkali. Ähnliche niedrige Aciditäten, wie sie bei Zerstörung wesentlicher Zuckermengen garnicht möglich wären, beobachteten Bruhns *(Centralblatt 1897/98, 155)* mit einem Alkali-Äquivalent von 1,7—2,4 ccm, Grundmann *(Centralblatt 1903/04, 515)* mit sogar nur 0,75—1,3 ccm und nur bei gefrorenen Rüben mit bis zu 2,65 ccm und Herme *(Circ. Hebd. 1905, Nr. 824)* mit nur 0,7—1,0 ccm, und mit 3—4 ccm, wenn Anzeichen von Gährung vorlagen. Dagegen fand Brendel *(Centralblatt 1903/04, 903)* einen Säuregehalt der Diffusionssäfte bis zu 6—7 ccm Normal-Alkali, welcher beim Stehen des Saftes in 1 ¾ Stdn. bis auf 18 ccm stieg, wobei gleichzeitig der Zuckergehalt des Saftes von 10,43 auf 9,64 fiel. Bei der Verarbeitung derartiger Säfte entstand regelmässig ein unbestimmbarer Diffusionsverlust bis zu 0,4 %. Diese verschiedenen Beobachtungen, welche sich bei näherer Betrachtung durchaus nicht widersprechen, zeigen, dass in vielen Fällen eine Erhöhung der Acidität der Rohsäfte nicht statt hat, und dass umgekehrt eine solche eintritt, wenn Zuckerzerstörung stattfindet, und zwar ist für verhältnismässig geringe Zuckerverluste die Zunahme der Säure ganz ausserordentlich auffällig. Die Säurezunahme muss sich übrigens auch deutlich in schlechterer Beschaffenheit der gewonnenen Füllmassen kenntlich machen.

Über die Zunahme des Invertzuckers war bereits oben (S. 97) die Rede. Diese ist in der Regel unwesentlich und nimmt gegen Ende der Betriebswochen und der Kampagnen nicht oder nur unwesentlich zu.

Ferner kommt noch das Auftreten von Gasen in Betracht. Im normalen Betriebe wird in den Diffuseuren fast immer eine geringe Gasentwicklung beobachtet, und zwar am stärksten in dem Diffuseur, auf welchem der Wasserdruck steht. Zu einem Teile werden diese Gase gebildet aus der in den Intercellularräumen der Rübe enthaltenen Binnenluft, zum anderen Teile sind sie zweifellos durch Zersetzung infolge der Tätigkeit von Mikroorganismen entstanden, da sie wasserstoffhaltig und daher brennbar sind. Man muss sich wohl vorstellen, dass die Mikroorganismen des Druckwassers hier zur Wirkung kommen oder dass die Lebenstätigkeit der wenigen Organismen wieder beginnt, welche lebensfähig die in den heissesten Diffuseuren herrschenden Temperaturen überstanden haben. Diese Gasmengen sind aber sehr gering und betragen auf einen Diffuseur von 5 cbm Inhalt 10—20 l, ungünstigenfalls, wenn schmutzigere Rüben verarbeitet werden, bis zu 50 l. Es handelt sich also, wenn man das spezifische Gewicht der Gase ungefähr gleich dem der Luft zu 1,3 g für 1 Liter setzen will, immer nur um wenige g Gase, welche aus der Zersetzung einer nur geringen Menge von Zucker entstanden zu denken sind. Damit stimmt die Beobachtung Claassen's überein *(Centralblatt 1903/04, 1166)*, wonach bei stärkerem Auftreten von Gasen als in der gewöhnlich beobachteten Menge dennoch die unbestimmbaren Verluste nicht höher waren als sonst, sodass sogar in der Kampagne 1903/04, wo durchweg eine viel merklichere Gasentwicklung als in früheren Kampagnen stattfand, die unbestimmbaren Gesamtverluste nur 0,56 gegen

0,77 und 0,87, die unbestimmbaren Diffusionsverluste 0,10 gegen 0,15 und 0,12 in den beiden Vorkampagnen betrugen. Wie gering die Zuckerverluste sein werden, welche der normalen Gasentwicklung entsprechen, oder welche riesigen Mengen Gase auftreten müssten, wenn wesentliche Mengen Zucker zerstört würden, lehrt eine einfache Berechnung. Ein Diffuseur von 5 cbm Inhalt fasse 30 dz Rüben von 15 % Zucker = 450 kg Zucker. Es soll 1 % Zucker auf Rüben = 30 kg Zucker durch Mikroorganismen zerstört werden, und zwar in Art der normalen alkoholischen Gährung. Dann entstehen auf 100 Teile Zucker etwa 51,5 Teile Kohlensäure, auf 30 kg Zucker also 15,45 kg Kohlensäure. 1 cbm Kohlensäure wiegt bei 17,5 ° etwa 1,8 kg, also würden in dem Diffuseur von 5 cbm Inhalt sich 8,6 cbm Gas, also beinahe das Doppelte seines Inhaltes bilden. Noch viel grösser würde die Gasmenge sein, wenn man, wie zuweilen behauptet wird, annehmen wollte, dass der Zucker vollständig zu Kohlensäure und Wasser oxydiert würde. Da nun keinerlei Untersuchungen darüber vorliegen, welche Mengen Gase bei der Zerstörung des Zuckers durch die am meisten beobachteten Organismen auftreten, kann diese Rechnung nicht als unbedingt beweisend gelten, aber selbst wenn man annimmt, dass nur $^1/_{10}$ der oben angesetzten Menge Gas entstände, so entspräche einer Zuckerzerstörung von $^1/_{10}$ % immer noch eine Gasmenge von 80—90 l. Man erkennt daraus, dass es unmöglich ist, aus dem Auftreten der geringen, im normalen Betriebe beobachteten Gasmengen auch nur einen unbestimmbaren Verlust von 0,1 % zu erklären. Anders liegt die Sache in den aussergewöhnlichen Fällen, in denen eine so starke Gasentwicklung auftritt, dass sie den Betrieb empfindlich stört.

Für die Menge der Gallertmassen, welche bei der Zuckerzerstörung auftreten, findet man einen Anhalt in der Angabe van Tieghem's, dass zur Bildung von 1 kg Leuconostoc 600 g Zucker verbraucht werden. In dem oben angeführten Beispiel würde das einer Menge von 50 kg Leuconostoc in einem Diffuseur für eine Zuckerzerstörung von 1 % entsprechen. Derartige Mengen könnten sich wohl nicht gut auf die Dauer und regelmässig der Wahrnehmung entziehen.

Um einen Schluss zu ziehen aus den bisherigen Arbeiten, so unterliegt es keinem Zweifel, dass die Diffusionssäfte einen sehr günstigen Nährboden für Bakterien verschiedener Arten bilden, welche einerseits mit der an den Schnitzeln haftenden Erde, andererseits mit Verunreinigungen des Druckwassers der Diffusion in die Diffusionsbatterie gelangen können, und hier wohl in der Lage wären, bei längerem Aufenthalt und geeigneter Temperatur eine wesentliche Menge Zucker zu zerstören. Unter normalen Arbeitsbedingungen jedoch, wenn gesunde, gut gewaschene Rüben bei Temperaturen von 75—85° in der Zeit von etwa 1½ Stunde mit reinem Wasser ausgelaugt werden, wird dies nicht der Fall sein. Die mit den frischen Schnitzeln in die Batterie gelangten Bakterien finden dort nur kurze Zeit, während des Einmaischens und Abdrückens des Saftes über den letztgefüllten Diffuseur, die für ihre Weiterentwickelung und Lebenstätigkeit nötige mittlere Temperatur, welche für den häufigst beobachteten dieser Schädlinge, den Leuconostoc, zwischen 10—43° liegt. Dieses Stadium der Diffusionsarbeit währt höchstens 10 Minuten, und bisher ist auch von den eifrigsten Verfechtern der Ansicht, dass die Mikroorganismen die Ursachen der unbestimmbaren Verluste der Diffusion seien, nicht behauptet worden, dass in dieser kurzen Zeit im infizierten Diffusionssaft nennens-

werte Zuckerverluste entstehen. Im Gegenteil konnte Herrmann feststellen, dass aus dem Messkasten oder dem 1. Vorwärmer am letzten Tage der Betriebswoche entnommener, also voraussichtlich sehr stark mit Bakterien infizierter Diffusionssaft noch innerhalb 4 Stunden einen kaum messbaren Polarisationsrückgang erfuhr *(Centralblatt 1903/04, 701)*. Ebenso fand Grundmann *(Centralblatt 1903/04, 515)* an kalt und offen aufbewahrten Diffusionssäften nach 4—6 Stunden keine Zersetzung. Sobald aber das erste Messgefäss Saft von dem frischgefüllten Diffuseur abgezogen ist, entsteht in ihm eine Temperatur von 40—50°, in welcher das Wachstum der meisten Bakterien bereits aufhört, und steigt in kurzer Zeit auf 75—85°, welche Temperatur die Mikroorganismen zum Teil schon tötet, sicher aber bis auf verschwindende Ausnahmen in ihrer Lebensfähigkeit so schwächt, dass ein Neu-Wachstum und intensive Lebenstätigkeit beim Wiedereintreten von Temperaturen unter 45° ausgeschlossen scheinen. Der Annahme, dass an den Wandungen der heissen Diffuseure Schichten von erheblich niedrigerer Temperatur entstehen, die der zersetzenden Tätigkeit der Mikroben freien Spielraum gewähren, fehlt bisher der Beweis und sie ist nur wahrscheinlich, wenn die Diffusion sehr stark abkühlenden Einflüssen unterworfen ist. In normalen Fällen werden höchstens in den beiden letzten Diffuseuren der Batterie wieder Temperaturen unter 45° herrschen, welche für die Lebenstätigkeit der Bakterien günstig sind. Die ursprünglich in den Schnitzeln vorhandenen Bakterien kommen aber hier aus den erwähnten Gründen nur zum geringsten Teile wieder zur Wirkung, wofür der volle experimentelle Beweis durch die Untersuchungen von Raschkowitch geführt ist. Möglich wäre nur, dass durch unreines Druckwasser — Oberflächenwasser aus Teichen oder

Bächen — oder, im Falle von Wassermangel, durch zurückgenommenes Betriebswasser, neue Infektionskeime auf die ausgelaugten Schnitzel gelangten. Derartige Fälle gehören zu den Ausnahmen und es kann ihnen durch geeignete Behandlung des Wassers (Filtration, Zusatz von Kalium-Permanganat usw.) vorgebeugt werden, auf jeden Fall finden dann aber die Keime nur noch geringe Mengen Zuckers, die sie zerstören könnten und also kein günstiges Entwickelungsfeld, auf dem sie endlich ungestört auch nur kurze Zeit (unter der Annahme, dass die beiden letzten Diffuseure unter 45° warm sind, höchstens 20 Minuten) zur Wirkung gelangen könnten. Zuckerverluste in nennenswerter und feststellbarer Höhe, also von etwa 0,20 % und darüber, sind daher in der Diffusion selbst wohl ausgeschlossen. Wenn sie wirklich aufträten, so müssten sie sich mindestens kenntlich machen durch Gasentwickelung, durch Bildung grösserer Wucherungen und Schleims und durch Entstehung von Zersetzungsprodukten des Zuckers, also wenn nicht durch entsprechende Zunahme des Invertzuckers, so doch durch auffällige Vermehrung der Menge der Säuren im Rübensafte und späterhin der Kalksalze in den Zwischen- und Endprodukten. In gewissen abnormen Fällen, bei Verwendung verunreinigten Wassers oder bei der Verarbeitung stark verdorbener oder verschmutzter Rüben werden denn auch tatsächlich diese Begleiterscheinungen der Zuckerzersetzung beobachtet. Es ergibt sich aus allem als allgemeine Schlussfolgerung: Die Möglichkeit von Zuckerverlusten durch Tätigkeit kleinster Lebewesen besteht, aber im normalen Betriebe der Diffusion können diese Zuckerverluste eine nennenswerte Grösse, die es erlaubt, sie quantitativ nachzuweisen, nicht erlangen. Ganz ausgeschlossen

aber ist es, dass in der Diffusionsbatterie unbemerkt Zucker in Mengen von 1—2 % zerstört werden könnte.

f) Die Rolle der Enzyme.

Nach den neueren Anschauungen sind bekanntlich die Mikroorganismen an sich nicht die nächsten Urheber der Inversion und der Gährungen, welche den Zucker zerstören, sondern diese Aufgabe fällt zuerst den von ihnen abgesonderten oder in ihnen enthaltenen Enzymen zu. Andererseits sind in der Zelle der Rübe selbst invertierende, Gährung erregende und oxydierende Enzyme enthalten, welche unter geeigneten Verhältnissen zuckerzerstörend wirken können. Es soll daher an dieser Stelle etwas näher auf die Eigenschaften der in Betracht kommenden Enzyme eingegangen werden, soweit die gegenwärtige, immer noch geringe und vielfach sich widersprechende Kenntnis dieser Körper reicht, und wobei als Quelle besonders J. Effront „Die Diastasen und ihre Rolle in der Praxis, I. Band: Die Enzyme der Kohlehydrate und die Oxydasen“ *(Franz Deuticke, Wien, 1900)* diente. Aus ihren Eigenschaften wird man dann ein Urteil fällen können, ob und wie weit die Enzyme unbestimmbare Verluste in der Zuckerfabrikation hervorrufen können.

Die Enzyme, lösliche Fermente, Zymasen oder Diastasen sind organische, den Eiweisskörpern wahrscheinlich verwandte Verbindungen, welche von den Zellen abgesondert werden; sie haben die Eigenschaft, unter bestimmten Bedingungen gewisse chemische Reaktionen zu erleichtern, ohne selbst in die Zusammensetzung der Reaktionsprodukte einzutreten und ohne selbst ihre Zusammensetzung und Beschaffenheit zu ändern. Von ihren allgemeinen Eigenschaften sind folgende hervorzuheben. Ihre Wirkung verläuft proportional ihrer

Menge und ferner proportional der Einwirkungszeit. Kleine Mengen der Enzyme können verhältnismässig grosse, zuweilen fast unendlich grosse Mengen anderer Stoffe umwandeln oder zur Reaktion bringen. Die Enzyme sind in der Regel widerstandfähiger als die Zellen, von denen sie abgesondert werden; so sind die meisten unempfindlich gegen Blausäure und Chloroform, sie vertragen auch häufig höhere Wärmegrade als ihre Mutterzellen, werden aber spätestens bei Temperaturen von nahezu 100° getötet. Es gibt aber auch Fälle, in denen sie umgekehrt empfindlicher sind als die Mutterzellen. Überhaupt gibt es keine Eigenschaft, welche ausschliesslich für die Gegenwart von Enzymen charakteristisch ist. Es hängt dies damit zusammen, dass bisher wohl kaum eines der Enzyme in absolut reinem Zustande isoliert worden ist, sondern dass fast immer eine Mischung verschiedener Körper oder eine Verunreinigung der Enzyme durch andere Stoffe vorliegt. Demgemäss zeigt dasselbe Enzym, je nach dem Organismus, aus welchem es dargestellt ist, wechselnde Eigenschaften, und dasselbe ist sogar der Fall bei verschiedenen Präparaten, welche aus demselben Organismus gewonnen sind, sie zeigen wechselnde Zusammensetzung und geringe Abweichungen in ihren Eigenschaften.

Für die Zerstörung des Zuckers kommen von den Enzymen in Betracht die Sukrase oder das Invertin, welches den Zucker invertiert, die Zymase, welche den gebildeten Invertzucker vergährt, vielleicht auch noch Oxydasen, welche den Zucker direkt oxydieren. Eingeführt werden die Enzyme in die Fabrikation einerseits durch die invertierend und gährungserregend wirkenden Mikroorganismen, andererseits in den Zellen der Rüben selbst, in welchen zuerst Gonnermann *(Vereinszeitschr. 1898, 667)* Invertase und Zymase

nachwies, was neuerdings Stoklasa *(Böhm. Zeitschr. 1903/04, 233)* durch eingehendere Untersuchungen bestätigte; die nähere Beschreibung dieser Enzyme steht noch aus.

Das Invertin gilt als eines der energischsten Enzyme, 1 g davon vermag 4000 g an Rohrzucker zu invertieren. Die Einwirkung verläuft jedoch verhältnismässig langsam. Lässt man eine 10%ige Rohrzuckerlösung bei 50° in Berührung mit 1 ccm Invertin-Lösung, so erhält man nach 1 Stunde erst 0,20% Invertzucker, nach 2 Stunden 0,40%. Die Temperatur, bei welcher das Invertin am schnellsten wirkt, wird von verschiedenen Forschern je nach seiner Herstellung verschieden angegeben und liegt zwischen 50—56°, Temperaturen über 56° schwächen die Inversionsfähigkeit ganz bedeutend, und zwischen 65—70° wird das Invertin vollständig zerstört. Ein schwacher Säuregehalt begünstigt seine Wirkung, ein starker Säuregehalt sowie Alkalität wirken dagegen sehr ungünstig, stärkere Einwirkung von Alkali sogar vollkommen zerstörend auf das Enzym ein.

Die normale Zymase der Hefe hat ihre höchste Wirkungskraft bei ziemlich niedrigen Temperaturen, nach Buchner bei 22°, nach anderen bei 30° (gefällte Zymase bei 38—40°); eine Lösung von Zymase, einige Zeit auf 35—40°, nach anderen auf 40—50° erwärmt, trübt sich unter Koagulation und büsst ihre Wirkungskraft ein.

Es kommen dann noch Oxydasen in Frage. Solche sind zweifellos in der Rübe vorhanden und eine Oxydase, Tyrosinase genannt, bewirkt die Verfärbung der Schnitzel und des Rübensaftes bei Gegenwart von Luft, indem sie Tyrosin (?) und andere organische Nichtzuckerstoffe der Rübe oxydiert. Oxydasen, welche zuckerzerstörend wirken, waren bisher nicht bekannt; nach einer Mitteilung von v. Niessen sollen

im Petersburger Technischen Institut solche festgestellt worden sein *(Centralblatt 1903/04, 1165)*; die näheren Veröffentlichungen hierüber stehen noch aus.

Betrachtet man nun die Wirkung der Enzyme auf den Diffusionssaft, so kommt man nach den angeführten Eigenschaften zu dem Schlusse, dass sie nur sehr gering sein kann. In den Saft selbst tritt aus den Zellen der Rübe nur eine verschwindend geringe Menge der Enzyme, da die Diffusion von Enzymen in die umgebende Flüssigkeit nur als pathologische Erscheinung auftritt, denn wenigstens das Invertin verbleibt in der Zelle selbst, solange die umgebende Flüssigkeit noch Zucker enthält, und diffundiert erst aus der Zelle in die Lösung, wenn letztere zuckerfrei ist. Im Saft selbst wird also nur die verschwindend geringe Menge Invertin etc. wirksam, welche aus den zerrissenen Zellen der Schnitzel ausgespült wird. Die Menge der innerhalb der Zellen der Schnitzel eingeführten Enzyme ist sehr gering und wirkt sehr langsam, wie man aus den Versuchen über das Verhalten der Rüben bei längerer Aufbewahrung weiss (nach den Versuchen von Stoklasa wurde z. B. durch die Zymase der Zellen in 6 Tagen nur 1 % Zucker vergährt, durch die Invertase der Zellen in 16 Stunden nur 1,6 % Zucker invertiert), innerhalb der Diffusionsbatterie kann die Wirkung natürlich erst recht nicht intensiver sein. Gefährlicher könnte die Menge der innerhalb der Zellen der Mikroorganismen wirkenden Enzyme werden. Aber man muss bedenken, dass auch in diesem Falle die Menge der Enzyme immer noch verhältnismässig gering ist, und dass sie ferner nur langsam wirken, während die Dauer der Einwirkung doch beschränkt ist, die Wirkung durch Gegenwart der Nichtzuckerstoffe noch gehemmt wird und die Optimal-Temperatur nur wenige Minuten aufrecht

erhalten bleibt. Die Temperatur, bei welcher die Enzyme in ihrer Tätigkeit gehemmt und später zerstört werden, wird in nur unwesentlich längerer Frist erreicht als jene, welche die Organismen selbst wirkungsunfähig macht oder tötet; was also hierüber früher gesagt wurde, gilt auch in diesem Falle. Was besonders die etwaige zuckerzerstörende Wirkung von Oxydasen anlangt, so kann diese innerhalb der geschlossenen Batterie nur sehr beschränkt sein, weil nur eine unwesentliche Menge an Sauerstoff zur Verfügung steht, und die kühne Hypothese, welche wir Steffen verdanken, nach welcher die Rübe bereits in den wenigen Minuten von ihrer Zerschneidung bis zum Aufmaischen 1—2 % ihres Zuckergehaltes durch Oxydation verlieren soll, widerspricht zu sehr dem Grundgesetze über die Wirkung der Enzyme, nach welchem diese proportional der Zeit und nicht momentan vor sich geht. Dieses Gesetz findet man übrigens durch den Augenschein an der nicht zuckerzerstörenden Oxydase der Rübe bestätigt, wenn man das Verhalten der zerschnittenen Rüben beim Liegen an der Luft beobachtet; diese verfärben sich auch nicht momentan, sondern nur allmählich von weiss über rosa, rot und violett bis zu blauschwarz.

Schliesslich ist noch zu bemerken, dass Zuckerzerstörung durch Enzyme, falls sie einen nennenswerten Betrag erreicht, sich in analoger Weise wie solche durch Mikroorganismen durch das Auftreten der entsprechenden Zersetzungsprodukte kenntlich machen müsste, also durch Bildung von Invertzucker (oder Vermehrung der Asche und Kalksalze in den Füllmassen) oder Gasen. Die Gase müssten, ob es sich nun um gährungerregende oder oxydierende Enzyme handelt, hauptsächlich aus Kohlensäure bestehen, während der wesentlichste Bestandteil der auftretenden Gase bekanntlich Wasserstoff ist.

g) Zusammenfassung.

Die Frage nach den unbestimmbaren Verlusten in der Diffusion lässt sich demnach so beantworten:

Unter normalen Verhältnissen werden unbestimmbare Verluste in Höhe bis zu 0,3 % — 0,4 % beobachtet, sie sind z. T. auf die unvermeidlichen Untersuchungsfehler zurückzuführen, der kleinere Rest kann als durch Inversion oder durch Tätigkeit von Bakterien verursachter Zuckerverlust gelten, doch können auch Verluste an Polarisation vorliegen, für welche jedoch ein Beweis noch nicht erbracht ist.

3. Verluste von der Diffusion bis zu den Endprodukten (während der Saftverarbeitung).

a) Vorwärmung des Rohsaftes.

Aus der Diffusion gelangt der Saft entweder direkt in Vorwärmer, die zugleich zur Messung dienen, oder über die Messgefässe zu besonderen Vorwärmern. Diese Vorwärmer sind nach ganz verschiedenen Prinzipien konstruiert, man hat offene und geschlossene Vorwärmer mit langsamem oder schnellem Saftstrom und mit Beheizung durch Dampf verschiedenster Temperatur, man findet nur einen oder mehrere Vorwärmer usw. Nach den neueren Grundsätzen bedarf man für eine rationelle Anwärmung mehrerer geschlossener Vorwärmer, in welchen der Saft viele einzelne Abteilungen durchstreichen muss, sodass die Schnelligkeit der Saftzirkulation sehr hoch und die Wärmetransmission dementsprechend grösser ist, und die man derartig zu einem Sistem zusammenstellt, dass die Anwärmung zuerst durch Dämpfe niederer Temperatur aus den letzten Körpern geschieht und durch Dämpfe höherer Spannung (aus dem 1. Körper) in den späteren Wärmern vollendet wird. Bei einer derartigen Anwärmung gelangen die Säfte schnell auf die Temperatur von 70—80 °, die fast durchweg für den Kalkzusatz verlangt wird, und sind teilweiser Überhitzung

nicht ausgesetzt, sodass Zuckerverluste durch Bakterientätigkeit oder durch Inversion kaum möglich erscheinen. Werden die Wärmer nach Saftinhalt nicht zu gross und mit angemessener Wärmeübertragung konstruiert, so wird der Saft im Messkasten und auf dem Wege zur Scheidung nur etwa 5 bis ungünstigstenfalls 15 Minuten auf der für die zerstörende Wirkung der Bakterien günstigen Temperatur verweilen. Da es nicht möglich ist, im gewöhnlichen Betriebe die Menge und den Zuckergehalt des Saftes nach der Anwärmung zu bestimmen, so kann man sichere Angaben, ob auf dem Wege von der Diffusion bis zur Scheidung Verluste auftreten, natürlich nicht machen, jedoch darf man annehmen, dass sie bei rationeller Anwärmung, wenn überhaupt Verluste auftreten, was noch zu beweisen ist, den Betrag von etwa 0,10 % nicht überschreiten, der zugleich auf Inversion infolge der Wärme und auf eine geringe Zuckerzerstörung durch Mikroben zurückzuführen wäre.

Ähnliche Schlussfolgerungen erlauben Versuche von Herzfeld, der in der Kampagne 1892/93 beobachtete, dass beim Erwärmen des Rohsaftes auf 90° während 30 Min. die Scheidesäfte, wahrscheinlich durch Inversion von Zucker verursacht, fast stets dunkler gefärbt waren als bei nicht erhitztem Safte. In der nächstfolgenden Kampagne trat diese Erscheinung jedoch nicht auf *(Vereinszeitschr. 1894, 278)* und die direkte Bestimmung des Invertzucker liess keinerlei Inversion durch Erwärmung erkennen, Herzfeld fand

im Diffusionssaft . . . . . 0,123 % Invertzucker
in demselben, 10 Min. auf 90° erhitzt 0,123 % „
„ „ 30 „ „ 90° „ 0,125 % „

Demnach ist offenbar das Verhalten der Rohsäfte bei der Anwärmung je nach der Zusammensetzung der Rüben sehr

verschieden, es wird in dem einen Falle eine geringe Inversion eintreten, in einem anderen Falle nicht.

Je nach der Acidität und der sonstigen Beschaffenheit der Rohsäfte wird die durch Inversion hervorgerufene Zuckerzerstörung grösser oder kleiner ausfallen. Grundmann *(Centralblatt 1903/04, 515)* fand bei Diffusionssäften, welche nur eine Acidität entsprechend 0,8—1,3 ccm Normalsäure auf 100 ccm hatten, in einem Falle nach 5stündigem Kochen gar keinen Polarisationsrückgang, in einem anderen Falle nach $3^1/_2$stündigem Kochen einen solchen von 14,79 auf 14,63 °. Diffusionssäfte, welche bis zu 4 Stunden am Rückflusskühler gekocht worden waren, lieferten nach der Scheidung Füllmassen, welche nach Reinheit und Aschengehalt nur unwesentlich, innerhalb der Fehlergrenzen der Analyse, ungünstiger ausfielen als solche aus frischem Saft. Das lässt erkennen, wie gering die Verluste der Rohsäfte durch Inversion beim Anwärmen in günstigen Fällen sein können, dagegen ist wahrscheinlich, dass Säfte von einer bis zu zehnfach höheren Acidität, wie sie Brendel beobachtete (siehe S. 114), in dieser Hinsicht sich ungünstiger verhalten werden, und tatsächlich fand ja auch Brendel in solchen Fällen höhere unbestimmbare Verluste.

Anders kann der Fall liegen, wenn die Vorwärmer zu gross sind, sodass der Aufenthalt des Saftes in ihnen ungewöhnlich lang ist, wenn durch ungenügende Zirkulation die Wärmeübertragung so gering ist, dass der Saft eine höhere Temperatur vielleicht erst in der Scheidung oder Saturation annimmt, und wenn dann der Weg des Saftes etwa durch Rohsaftfilter, sog. Eiweissfänger, noch verlängert wird. Durch die längere Zeit des Aufenthaltes bei günstigen Temperaturen können dann die Bedingungen für eine massenhafte

Entwickelung von Bakterien geradezu künstlich geschaffen werden, und wenn z. B. nach einem oben erwähnten Versuche Diffusionssaft im offenen Glasgefässe während einer halben Stunde 0,30 % Polarisation (in diesem Falle zweifellos ebensoviel Zucker) verlor, so ist nicht einzusehen, warum nicht in der Fabrik bei einem gleichlangen Verweilen derartiger Säfte in den oft stark verschmutzten Vorwärmern auf Temperaturen unter 45 ° gleich hohe Zuckerverluste entstehen sollen, zumal der frisch abgezogene Saft ohne Zweifel stark mit Bakterien infiziert ist. Es ist durchaus wahrscheinlich, dass veraltete und unzureichende Anwärmungs-Anlagen für den Rohsaft in vielen Fabriken die Hauptursache der zwischen Diffusion und Füllmasse auftretenden unbestimmbaren Verluste bilden. Zu deren Erhöhung kann es dann noch beitragen, wenn in Vorwärmern mit langsamem Saftstrome Dampf höherer Spannung zur Heizung verwendet wird; die äussersten Schichten des in den Heizrohren fliessenden Saftes können dann eine örtliche Überhitzung erleiden, welche Inversion und weitere Zuckerverluste verursacht. Dasselbe geschieht, wenn der Saft längere Zeit vor dem Kalkzusatz sich auf höheren Temperaturen befindet.

b) Scheidung und Saturation.

Die Scheidung und Saturation geschieht bekanntlich unter den verschiedensten Formen, gemeinschaftlich ist aber diesen allen, dass die Temperatur des Saftes entweder schon vor oder während der Scheidung oder Scheide-Saturation auf ungefähr 80—85 ° erhöht wird, dass eine grössere Menge Kalk zu dem Saft gesetzt wird und dass der Überschuss des Kalkes zuletzt durch Einleiten von Kohlensäure entfernt wird; dieser Prozess wird, zuweilen nach Zusatz neuer Kalkmengen,

zum 2., wohl auch zum 3. Male wiederholt und dadurch vollendet.

Durch diesen Vorgang werden auf jeden Fall zwei Verlustquellen von vornherein abgeschlossen, der Saft wird einerseits durch die Erhitzung und den Kalkzusatz sterilisiert, sodass eine Zerstörung von Zucker durch Mikroorganismen nicht mehr möglich ist, ferner geht die sauere Reaktion des Saftes in eine alkalische über, sodass von nun ab eine Zersetzung von Zucker durch die invertierende Wirkung von Säuren oder sauren Salzen ausgeschlossen ist.

Von den Verlustquellen, die während der Scheidung und Saturation selbst offen bleiben, sind zwei zu nennen: Verluste, die etwa durch Einwirkung des Kalkes entstehen können, indem dieser in Verbindung mit höheren Temperaturen entweder den Zucker angreifen und zerstören oder doch wenigstens die Zersetzung oder unlösliche Ausscheidung anderer rechtsdrehender Stoffe verursachen könnte, und sodann Verluste durch mechanische Ursachen.

Um die mechanischen Verluste vorwegzunehmen, so können solche nur durch Überschäumen des Saftes während der Einleitung der Kohlensäure geschehen. Durch geeignete Vorrichtungen, besonders durch genügenden Steigraum der Saturationsgefässe, lassen sich derartige Verluste fast vollständig verhindern. Immerhin können sie vorkommen, besonders wenn der Saft ein aussergewöhnlich starkes Schäumen zeigt, das durch die Beschaffenheit der verarbeiteten Rüben verursacht ist; aber man wird sie in jedem einzelnen Falle wahrnehmen können und es wären also nachgewiesene Verluste, deren Höhe übrigens niemals einen irgendwie nennenswerten Betrag erreichen kann.

Gibt es unbestimmbare Verluste durch die Wirkung des Kalkes?

Durch den Kalk können zweifellos Verluste an Zucker während der Scheidung veranlasst werden, aber bei normalem Betriebe nur bestimmbare Verluste.

Bei der Trockenscheidung kann der sich löschende Kalk sehr schädliche stellenweise Überhitzungen des Saftes verursachen, durch die dann direkt Zucker zersetzt wird; es steht aber durch die Erfahrung fest, dass derartige Überhitzung nur bei mangelhafter Konstruktion der Scheidepfannen oder unrichtiger Ausführung der Trockenscheidung möglich ist, aber auf jeden Fall verhindert wird, wenn für genügende Bewegung des Saftes um die Kalkstücke herum gesorgt ist und der Kalk in flach ausgebreiteter Schicht mit dem Safte in Berührung steht.

Sodann kann bei jeder Art der Scheidung und Saturation der Kalk kleinere oder grössere Mengen Zucker als unlöslichen Zuckerkalk ausfällen. In grösserem Massstabe geschieht dies nur bei unrichtiger Ausführung der Scheidung und Saturation, nämlich dann, wenn die geschiedenen Säfte nach der Scheidung und ehe sie völlig aussaturiert sind, stark nachgewärmt werden, oder wenn die Saturation nicht genügend weit getrieben ist. Diese Verluste durch Bildung von Zuckerkalk lassen sich also vermeiden, unvermeidlich dagegen ist der durch Niederreissen einer kleinen Menge Zuckerkalk durch den übrigen Niederschlag veranlasste Verlust. Aber in keinem Falle ist ein derartiger Verlust ein unbestimmbarer, sondern er kommt bei der üblichen Methode der Zuckerbestimmung in dem Schlamm der Filterpressen unter

Zusatz von Essigsäure oder Ammoniumnitrat zur Erscheinung in Gestalt eines höheren Zuckergehaltes des Schlammes.

Man hat nun vielfach behauptet, der Kalk verursache auch einen unbestimmbaren Verlust bei der Scheidung und Saturation, sei es, dass er bei den angewendeten Wärmegraden Zucker zerstöre, sei es dass er einen Verlust an Polarisation schaffe, indem rechtsdrehende Nichtzuckerstoffe durch ihn zersetzt oder in unlöslicher Form ausgeschieden würden.

Was nun die Zerstörung von Zucker durch Kalk in der Wärme anlangt, so hat bisher niemand bewiesen, dass bei den Temperaturen, die in der Scheidung und Saturation herrschen, und bei der kurzen Zeit, in welcher der Kalk auf die Säfte einwirkt, Zucker zerstört wird, vielmehr steht aus mehrfachen Versuchen fest, dass bei diesen Bedingungen der Kalk eher konservierend wirkt und dass eine merkliche Zuckerzerstörung erst bei höheren Temperaturen und bei langer Einwirkungsdauer stattfindet. Nach Weisberg z. B. *(Bull. de l'Assoc. 1891/92, 866)* tritt eine merkliche Zersetzung von Zuckersäften durch Kalk erst nach 2- bis 3stündigem Erhitzen zum Sieden ein, und Herzfeld fand den Zuckerverlust einer 10 %igen alkalischen Zuckerlösung pro Stunde auf nur 0,0044 % bei 80 ° und 0,0114 % bei 100 °. Der Kalk kann demnach in den Säften, wenn überhaupt Verluste, nur Polarisationsverluste hervorrufen.

Am eifrigsten hat, wie schon erwähnt wurde, Pellet die Anschauung vertreten, dass der Kalk Polarisationsverluste verursache, die er auf durchschnittlich 0,23 % des Zuckers der Rübe bemass, und er hat diese Ansicht durch eine grössere Reihe von Versuchen anscheinend bestätigt *(Bull. de l'Assoc. 1895/96, 236; Vereinszeitschr. 1895, 1065)*. Jedoch fehlt diesen Versuchen der Nachweis, dass der Kalkniederschlag frei von

Zuckerkalk war, sodass sie eine Beweiskraft nicht haben. Pellet hat denn auch schliesslich, nach langem Streite, seine Ansicht fallen lassen müssen und den Kalk in seiner zweiten grossen Arbeit nicht mehr als die Ursache unbestimmbarer Verluste bei der Scheidung und Saturation aufgeführt, nachdem er nicht in der Lage war, die von ihm angenommene neue rechtsdrehende Substanz des Diffusionssaftes, die durch Kalk angeblich ausgefällt wurde, in dem Schlamm der Filterpressen nachzuweisen. Dieser rätselhafte rechtsdrehende Stoff war nämlich in Wirklichkeit nichts anderes als Zucker, der als Kalksaccharat gefällt war.

Das Verdienst, den Beweis hierfür in einem 10 Jahre währenden Streite mit Pellet durch eingehende Untersuchungen geführt zu haben, gebührt Weisberg *(Bull. de l'Assoc. 1893/94, 313; 1896/97, 787; 1898/99, 263, 329, 426)*. Er stellte fest, dass, während aus reinen Zuckerlösungen durch Kalk unter den bei der Scheidung und Saturation herrschenden Bedingungen weder Zucker zerstört noch als Kalk-Saccharat gefällt wird, eine solche Fällung von Zucker bei der Scheidung sofort stattfindet, wenn dem reinen Zuckersafte Nichtzuckerstoffe organischer Natur, wie sie sich im Rübensafte finden, zugesetzt werden. So verlor z. B. eine Zuckerlösung von 28,30 Pol., der eine wässrige Pektinlösung zugesetzt war, durch die Behandlung mit Kalk scheinbar Zucker, da die Polarisation auf 27,95 sank. Dieselbe Erscheinung tritt nun ein bei den natürlichen Diffusionssäften, indem der mit Kalk entstehende Niederschlag eines Teiles der Nichtzuckerstoffe offenbar etwas Zuckerkalk mit niederreisst, der in reinen Zuckerlösungen vollständig in Lösung bleibt. Der Grad dieser Polarisationsverminderung durch Niederreissen von Zuckerkalk ist sehr verschieden je nach der Art und Weise,

in welcher man den Kalk einwirken lässt, also je nach der angewendeten Art der Scheidung, wie kalte oder heisse Kalkmilchscheidung oder Trockenscheidung. Bei der kalten Scheidung ist die Ausscheidung unlöslichen Zuckerkalkes grösser als bei der heissen (bis zu 0,80 % gegen 0,05—0,25 % in der Hitze), und bei Anwendung von Trockenkalk geht mehr Zucker als Zuckerkalk in den Kalkniederschlag, wie bei der Anwendung von Kalkmilch unter denselben Temperaturverhältnissen. Es hängt dies mit der verschiedenen Löslichkeit des Kalkes in Zuckerlösungen unter den angegebenen wechselnden Bedingungen zusammen; bei kalter Scheidung und bei Trockenscheidung geht mehr Kalk in Lösung und damit ist auch eine stärkere Bildung von Zuckerkalk verknüpft, der übrigens auch in der Kälte eine grössere Neigung sich abzuscheiden besitzt. Aber in jedem Falle findet sich der bei der Scheidung aus dem Safte verschwundene Zucker in dem Niederschlage vollständig wieder, und er geht ferner bei der nachfolgenden Saturation des unfiltrierten Saftes entweder vollständig oder zum grössten Teile aus der unlöslichen Form wieder gelöst in den Saft zurück. Auch nach der Saturation zeigen die heiss geschiedenen Säfte, was für die Praxis wichtig ist, bessere Ergebnisse, d. h. gar keinen oder weniger Zuckerkalk im Schlamm als die durch sogen. kalte Scheidung gewonnenen Säfte. Andere Verluste als durch Bildung von Zuckerkalk hat Weisberg bei seinen Untersuchungen nicht beobachtet, sodass weder Zuckerverluste noch Verluste an Polarisation durch Zersetzung oder Abscheidung rechtsdrehender Nichtzuckerstoffe bei der Scheidung und Saturation normaler Säfte angenommen werden können.

Die Ausfällung von rechtsdrehenden Nichtzuckerstoffen durch den Kalk kann, wie leicht verständlich ist, überhaupt

nicht zu unbestimmbaren Verlusten führen, da die verlorene Polarisation auch dieser drehenden Stoffe bei geeigneter Untersuchung des Schlammes sich in diesem wiederfinden muss, weil durch Bindung des Kalkes (durch Essigsäure usw.) diese drehenden Nichtzuckerstoffe ebensogut wieder frei werden müssten wie der als Zuckerkalk ausgefällte Zucker. Eine Zersetzung oder Drehungsänderung polarisierender Nichtzuckerstoffe durch den Kalk ist an normalen Säften nicht beobachtet worden, sie darf aber an Säften unnormaler Zusammensetzung, die aus irgend welchen Gründen sehr reich an organischem Nichtzucker sind, nicht ohne weiteres von der Hand gewiesen werden. Etwas derartiges nimmt wenigstens Battut, der sonst die Ergebnisse Weisberg's bestätigt, für Rübensäfte in Anspruch, die viel Metapektinsäure enthalten, welche in saurer Lösung rechtsdreht, durch den Einfluss des Kalkes aber linksdrehend wird, während sie durch Bleiessig nur wenig gefällt wird *(Bull. de l'Assoc. 1893/94, 478)*. Solche anormalen Säfte müssten also durch die Scheidung einen Polarisationsverlust erleiden, während die gewöhnliche Bleiessig-Untersuchungsmethode für den Diffusionssaft einen solchen nicht anzeigt. Derartige Polarisationsverluste in verdächtigen Säften kann man jedoch leicht feststellen und analytisch bestimmen, indem man die Untersuchungsmethode der Praxis nachbildet. Eine solche Kalk-Kohlensäure-Methode für die Analyse des Diffusionssaftes, die Battut zuerst vorgeschlagen hat, ergibt nach Weisberg an normalen Säften niemals Unterschiede gegen die übliche Bleiessigmethode *(Bull. de l'Assoc. 1893/94, 313)* Auch Claassen wendete eine solche Methode, die wir noch beschreiben werden, an; er fand bei vielen Versuchen, dass der geschiedene und saturierte Saft meistens die gleichen

Resultate ergab wie der auf gewöhnliche Weise nur mit Bleiessig geklärte Saft *(Korresp.-Bl. 1893, 170)*. Häufig war der Zuckergehalt des geschiedenen Saftes auch etwas kleiner, jedoch betrug die Differenz selten mehr als 0,1 %. Das erklärt sich wohl ungezwungen aus den vielfachen und verschiedenen Operationen, denen man bei einer solchen Methode den Saft unterwerfen muss, sodass kleine Verluste kaum zu vermeiden sind; sicherlich aber beweist es, dass bei der Scheidung und Saturation von Säften, die nicht eine ganz aussergewöhnliche Zusammensetzung haben, unbestimmbare Verluste entweder garnicht oder nur in einer geringen Höhe bis ungefähr 0,1 % auftreten.

Etwas grössere Unterschiede als Claassen stellte Herzfeld fest bei Versuchen an Diffusionssaft in etwas grösserem Massstabe *(Vereinszeitschr. 1895, 474)*, die hauptsächlich dem Zwecke dienten, festzustellen, ob die Trocken-Scheidung gegenüber der nassen Scheidung Verluste ergäbe, die dann natürlich auf Zuckerzerstörung durch Überhitzung zurückzuführen wären. Es wurden je 500 g Saft auf verschiedene Weise geschieden und saturiert und der im Saft eingeführte Zucker sowohl, als auch der im saturierten Saft und im Schlamm erhaltene Zucker genau bestimmt. Folgende Tabelle gibt die Resultate wieder:

— Tabelle 17 siehe Seite 137. -

Herzfeld zieht aus diesen Zahlen den Schluss, „dass die Mengen der ausgeführten Polarisation gegenüber der eingeführten um ein Geringes bald nach der positiven, bald nach der negativen Seite schwanken, was als Folge der unvermeidlichen Analysenfehler zu betrachten ist. Man kann daher aus den Versuchen schliessen, dass ein

Tabelle 17.

Verluste bei den Scheidungsversuchen von Herzfeld.

Differenz zwischen eingeführter und ausgeführter Gesamtpolarisation in Prozenten vom Rübengewicht

Kalte nasse Scheidung		Trockenscheidung	
Gewöhnliche Untersuchungsmethode	Alkoholische Untersuchungsmethode	Gewöhnliche Untersuchungsmethode	Alkoholische Untersuchungsmethode
+ 0,097	+ 0,045	— 0,182	— 0,066
— 0,346	— 0,164	— 0,255	+ 0,027
— 0,169	+ 0,125	— 0,194	— 0,170
— 0,111	+ 0,02	— 0,102	— 0,046
— 0,107	— 0,005	— 0,129	+ 0,024
— 0,031	+ 0,031	— 0,197	+ 0,189
im Mittel — 0,12		im Mittel — 0,18	

nennenswerter Polarisationsverlust bei der nassen Scheidung nicht stattfindet. . . . Auch bei der Trockenscheidung schwankt die Menge der eingeführten Polarisation bald wenig nach der positiven, bald nach der negativen Seite. Auch hier ergibt sich als Gesamtresultat, dass bei der Trockenscheidung nennenswerte, sogen. unbestimmbare Polarisationsverluste nicht statthaben. Selbstverständlich ist durch die Versuche nicht widerlegt, dass unter Umständen bei anderem Rübenmaterial grössere Polarisationsverluste bei der Scheidung auftreten können. Als erwiesen aber kann man annehmen, dass solche alsdann nicht von Zerstörung von Saccharose durch den Kalk herrühren." — Diesen Folgerungen wird man beistimmen können, da die Eigenart der betreffenden Untersuchungen die (überwiegend auftretenden) Verluste von

0,1 — 0,2 % sehr leicht als Versuchsfehler erklären lässt, mindestens aber ist durch die Versuche die Anschauung Claassens bestätigt, dass die unbestimmbaren Verluste durch den Einfluss des Kalkes 0,1 % nicht übersteigen.

Als Gesamtergebnis der bisherigen Arbeiten auf diesem Gebiete zeigt sich also, dass Scheidung und Saturation unter den gewöhnlichen Bedingungen keinen oder nur einen geringfügigen unbestimmbaren Verlust verursachen. Zuckerverluste durch Zersetzung sind ausgeschlossen und ein etwa durch Ausfällung von Zuckerkalk eintretender, bei normaler Arbeit aber minimaler und zu vernachlässigender Verlust wird ausgeglichen durch einen entsprechend höheren Zuckergehalt des Schlammes. Auch Verluste an Polarisationsgraden werden unter normalen Verhältnissen nicht beobachtet; sollten diese bei Verarbeitung veränderter Rüben auftreten, was möglich wäre, so kann man sich über diese Polarisationsverluste durch eine, der Scheidung und Saturation nachgebildete, entsprechende Untersuchungsmethode Rechenschaft geben.

Schlammpressen-Arbeit.

Der bei der Filtration des saturierten Saftes in den Filterpressen zurückbleibende Schlamm bildet eine Hauptverlustquelle in der Fabrikation, deren Grösse aber leicht bestimmbar ist.

Das Gewicht des Schlammes erhält man mit genügender Genauigkeit, wenn man die Zahl der entleerten Pressen feststellt, nachdem man durch mehrfache Wägungen das Durchschnittsgewicht des in ihnen enthaltenen Schlammes bestimmt hat; Voraussetzung bei dieser Art der Berechnung ist, dass man immer feste, die Rahmen oder Kammern voll-

ständig ausfüllende Kuchen erhält. Hat man längere Zeit ungenügend gefüllte Pressen, so muss dies schätzungsweise in Rechnung gezogen werden, wenn man nicht zu hohe Verluste erhalten will. Eine bequeme Kontrolle gibt hierbei die Berechnung des Schlammgewichtes aus dem Gewicht des verbrauchten Trockenkalkes. 1 kg Kalk liefert ungefähr 4 kg Schlamm mit einem mittleren Wassergehalt von 50 %, durch Vervierfachung der Menge des verbrauchten Kalkes erhält man also die Menge des erzeugten Schlammes.

Eine Durchschnittsprobe des Schlammes ist, wenn die Probenahme häufig genug und von mehreren Rahmen jeder Presse geschieht, ziemlich sicher zu erhalten, und deren Zuckergehalt nach einfachen Methoden zu bestimmen. Man muss natürlich eine Untersuchungsmethode wählen, bei welcher der etwa vorhandene Zuckerkalk zersetzt und der gebundene Zucker frei gemacht wird. Man erhält dann den gesamten Zuckergehalt des Schlammes und hat es in der Hand, diesen mit dem durch Wasser allein auslaugbaren Zucker zu vergleichen, um daraus auf die Menge des vorhandenen Kalksaccharates zu schliessen.

Da der durchschnittliche Zuckergehalt des Schlammes bis auf 0,2 % genau festzustellen sein wird, und bei der Gewichtbestimmung die höchsten Fehler vielleicht 1 % auf Rüben betragen können, wird auf diese Weise der Zuckerverlust durch den Schlamm bis auf 0,02 % (auf Rüben) Schwankung bestimmt, welcher Fehler im Laufe der Kampagne sich ausgleichen wird, da er sowohl nach oben wie nach unten liegen kann.

Die Filterpressen-Station gibt häufig noch Gelegenheit zu mechanischen Verlusten. Wenn die Pressen abgesüsst

sind, so bleibt etwas Absüsswasser in ihnen stehen, das beim Öffnen der Presse herausläuft. Sind keine Vorrichtungen vorhanden, die dieses Wasser zu den Absüssern führen, so geht der darin enthaltene Zucker verloren, meist — indem das Wasser zu dem Schlamm fliesst — dessen Menge oder Zuckergehalt vermehrend. Wenn nun die Schlammprobe nur aus den Rahmen entnommen wird und nicht auch zur Kontrolle etwa aus den Schlammwagen, so kann dieser Zucker eventuell übersehen werden. Um richtige Verlustzahlen zu erhalten, muss (je nach den besonderen Verhältnissen der betreffenden Fabrik) auf diesen Verlust Rücksicht genommen werden, wenn er eine wesentliche Höhe hat. Fernere mechanische Verluste entstehen durch Spritzen der Pressen, durch Überlaufen der Ablaufrinnen usw. Diese Verluste lassen sich vermeiden und dürfen auf keinen Fall eine nennenswerte Höhe erreichen, da sie aber auch bei der besten Kontrolle nie ganz unterdrückt werden können, so verdient der Vorschlag Pellet's Beachtung, die Pressstation mit solchen Einrichtungen zu versehen, dass sämtliche irgendwie verloren gehende Saft- oder Absüsswassermengen sich an einem Punkte sammeln können, um dann wieder Verwendung als Absüsser zu finden. Im allgemeinen wird ihre Menge für diese Verwendung viel zu gering sein, trotzdem kann das Ansammeln dieser Abfallwässer, zu denen dann noch sämtliche Aufwisch-, Reinigungs-, Tücherwaschwässer usw. zu leiten wären, in einem Bassin sehr zweckmässig sein, um gelegentlich die Menge und den Zuckergehalt aller dieser abfallenden Wässer festzustellen und sich Rechenschaft über die dadurch entstehenden Verluste geben zu können. Diese Verluste werden natürlich niemals eine solche Höhe erreichen, dass sie in die Verlustrechnung einzustellen wären; Pellet

allerdings schätzt ihre Höhe insgesamt auf 0,03 % auf Rüben, aber es geht doch kaum, derartige geringe Zahlen in eine Rechnung einzuführen, deren Ausgangziffern, die Zahlen für frische Schnitzel, schon für sich allein viel höheren Fehlern unterworfen sind. Ganz bedeutungslos sind endlich die Zuckermengen, die in den Tüchern beim Wechseln derselben zurückbleiben.

Filtration.

Was über Saturation und Schlammpressen gesagt ist, gilt ebenso für die 2. und 3. Saturation. Unbestimmbare Verluste sind gleichfalls ausgeschlossen und die Verluste im Schlamm sind leicht bestimmbar. Für mechanische Verluste sind ebenfalls dieselben Gelegenheiten vorhanden und ihre wiederholte Wiederkehr vermehrt etwas die Gefahr, dass sich allmählich unbedeutende Verluste zu merklichen Summen addieren.

Nachdem der Saft zwei oder drei Saturationen durchlaufen hat, wird er in den meisten Fabriken entweder als Dünnsaft vor der Verdampfstation oder als Mittelsaft während der Verdampfung, ferner als Dicksaft nach Verlassen der Verdampfstation nochmals der Filtration unterworfen. — In letzterem Falle wird er zuweilen nochmals mit Kalk versetzt und mit Kohlensäure saturiert, sonst aber mit schwefliger Säure behandelt und dann erst, oft unter Zusatz von gewissen, die Wirkung der Filtration verbessernden Mitteln, wie Kieselguhr, Holzwolle oder Sägespänen filtriert. Während aller dieser Operationen bleibt der Saft auf einer hohen, nicht unter 80 ° sinkenden Temperatur und eine Infektion durch die in der Luft verteilten Sporen mit Bakterien, die zuckerzerstörend wirken könnten, ist während dieser Zeit aus-

geschlossen, wenn der Saft nicht äusserst nachlässig behandelt wird, wenn man also z. B. die Temperatur des Saftes zu tief sinken lässt oder die Filtervorrichtungen nicht genügend rein hält. Eine Illustration hierzu geben die an anderer Stelle (S. 163) angeführten Untersuchungsergebnisse Laxa's über den Bakteriengehalt von Dünn- und Dicksäften des Betriebes, welche eine aussergewöhnliche Infektion eines Teiles des Dicksafts zeigen, deren Wirkung durch Vermischen mit Dicksaft von höherer Temperatur aber sofort wieder aufgehoben wird. — Fast immer auch bleibt der Saft alkalisch und erleidet dann auch durch die Wirkung der Hitze nur ganz geringfügige Verluste an Zucker. Vielfach sind dagegen während dieser Operationen die Gelegenheiten zu mechanischen Verlusten, durch Verspritzen, Überlaufen, in den Rückständen der Filter und in den Filtertüchern. Diese Verluste werden fast niemals bestimmt und dies ist solange begründet, als man mit Sicherheit weiss, dass sie keine nennenswerte Grösse erreichen; Beträge von 0,01—0,02 % auf Rüben kann man mit Recht ausser acht lassen, da die Versuchsfehler der Verlustbestimmung eine viel höhere Grösse haben. Es sind aber Fälle denkbar, dass die Verluste bei den verschiedenen Filtrationen einen höheren Betrag erreichen, so, wenn dem Dicksaft klärende Agentien zugefügt wurden, die oft garnicht oder nur ungenügend ausgesüsst werden können, ferner wenn in den mechanischen Filtern ein sehr häufiger Wechsel der Tücher oder Beutel, die in diesem Falle vollkommen unverdünnten Saft enthalten, stattfindet. Pellet gibt an, dass ein Tuch von 100 × 80 cm 2000—2500 g Saft und demgemäss 250—300 g Zucker zurückhalten kann, sodass ein Verlust von 0,01 % auf 100 Rüben eintreten kann, der mit jeder weiteren Filtration um den gleichen Betrag zunimmt. In

seiner Schlussrechnung setzt er für sämtliche Verluste durch Tücher 0,06 % ein, eine Zahl, die wohl nur ausnahmsweise, unter sehr ungünstigen Verhältnissen, erreicht werden dürfte. Immerhin dürfen diese Verluste nicht eher vernachlässigt werden, als bis man sich unter den besonderen Verhältnissen und Arbeitsweisen der betreffenden Fabrik durch mehrmalige quantitative Feststellung davon überzeugt hat, dass diese Verluste tatsächlich keinen nennenswerten Betrag erreichen. Gesetzt z. B., eine Fabrik von 5000 dz täglicher Verarbeitung reinigte in jeder Schicht ein Dicksaft-Filter von 100 qm Filtrierfläche und es wäre festgestellt worden, dass 1 qm Tuch mit dem anhängenden Schlamm annähernd 1 kg Dicksaft, (Verfasser stellte durch Versuche fest, dass baumwollene Tücher für 1 qm etwa 1000 gr Dicksaft von 60 ° Bx und 75 ° C aufsaugten, Jutetücher noch etwas mehr) oder etwa 500 g Zucker zurückhielte, so betrüge der tägliche Zuckerverlust 100 kg Zucker oder 0,02 % auf Rüben. In den meisten Fabriken wird aber diese Höhe der Verluste durch Dicksaftfiltration nicht einmal erreicht werden.

c) Verluste beim Anwärmen, Verdampfen und Verkochen.

Chemische Verluste durch den Einfluss der Temperatur.

Durch den Einfluss der Wärme beim Anwärmen, Verdampfen und Verkochen der geschiedenen Säfte können Verluste an Zucker oder auch Verluste an Polarisation eintreten, deren Höhe sehr verschieden sein wird je nach den Arbeitsbedingungen, also je nach Höhe der Temperatur, des Temperaturgefälles zwischen Heizdampf und Saft, der Dauer der Erhitzung und nach der Konzentration und chemischen

Beschaffenheit der Säfte, besonders danach, ob diese mehr oder weniger alkalisch oder ob neutral und sauer sind. An dieser Stelle sollen nur die Verluste unter normalen Arbeitsbedingungen erörtert werden, welche also entstehen, wenn Säfte von genügender Alkalität der Wirkung der Wärme unterworfen werden. Genügend alkalisch sind — welches auch immer die Beschaffenheit der zur Verarbeitung kommenden Rüben sein mag — nur solche Säfte, die auch beim Austritt aus der Verdampfstation noch alkalische Reaktion zeigen und, ohne künstliche Nachhilfe, auch alkalische Erstprodukt- und Nachprodukt-Füllmassen liefern; zeigen die Säfte bei der Verdampfung einen so starken Alkalitätsrückgang, dass sie gegen Phenolphtaleïn neutral oder sauer werden, so ist eben ihre Anfangs-Alkalität eine zu niedrige. Solche normale, stets alkalisch bleibende Säfte sind weder Verlusten durch Gährung noch durch Inversion im grösseren Massstabe ausgesetzt, während neutrale oder saure Säfte, oder Säfte, die während der Verarbeitung neutral oder sauer werden, bei den in diesen Stadien der Verarbeitung herrschenden Temperaturen einer starken Inversion und demnach aussergewöhnlich hohen Zuckerverlusten unterworfen sind.

In den Raffinerien, die ja mit neutralen oder nur schwach alkalischen Säften arbeiten, ist es eine altbekannte Erscheinung, dass jede einzelne Verkochung eine bedeutende Zuckerzerstörung, nach Lippmann von 0,3—0,4 %, nach sich zieht. In den mit alkalischen Säften arbeitenden Rohfabriken, die keiner wiederholten Verkochung wie die Raffinerien bedürfen, sind die Zuckerverluste nicht so empfindlich und in die Augen fallend, trotzdem zeigt sich ihre Gegenwart auch hier in Ausnahmefällen, indem der Saft und die Füll-

masse durch Bildung von Übergangsprodukten zwischen Zucker und Karamel eine starke Dunkelfärbung zeigen, die dann auch dem Zucker selbst anhaftet, der gleichzeitig einen abnorm hohen Gehalt an Nichtzucker bis zu $3^1/_2 - 4$ % aufweist. Über die Höhe dieser Zuckerzerstörungen, deren Folgen freilich nur selten in dem geschilderten Masse auftreten, die aber in geringerer Menge bei jedem Verweilen des Saftes auf höheren Temperaturen zu erwarten sind, herrscht jedoch bisher keinerlei Übereinstimmung. Es erscheint zwar einfach, im Laboratorium durch Versuche die Zersetzung alkalischer Zuckerlösungen bei verschiedenen Temperaturen, verschiedener Dauer der Erhitzung, verschiedenem Konzentrationsgrade und Alkalität zu studieren und daraus Zahlenwerte zu gewinnen, fraglich bleibt es aber, ob diese Werte ohne weiteres zur Berechnung der unter den Verhältnissen der Praxis auftretenden Zuckerzerstörung verwendet werden dürfen, zumal die Säfte doch nicht reine alkalische Zuckerlösungen sind, und man hat daher von anderen Seiten die Grösse der Zuckerzersetzung durch Untersuchungen im Grossbetriebe oder doch durch dem Betriebe nachgeahmte Versuche zu ermitteln gesucht.

Den ersteren Weg hat Herzfeld eingeschlagen (*Vereinszeitschr. 1893, 745*), indem er Zucker-Raffinadelösungen, die mit kohlensaurem Kali alkalisch gemacht waren, welches nach Vorversuchen sich in seiner Wirkung nicht wesentlich von Kalk unterscheidet, in geschlossenen Metallgefässen in einem Ölbade erhitzte, sodass also in der erhitzten Lösung, in der Heizfläche und in dem Heizmittel die gleiche Temperatur herrschte, während in der Praxis Heizdampf und Heizfläche eine höhere Temperatur als der Saft besitzen. Diese Versuche haben ergeben, dass weder die Art noch die Höhe der

Alkalität wesentlichen Einfluss auf die Zuckerzerstörung hat, dass diese mit steigender Temperatur sehr stark zunimmt, besonders wenn eine Temperatur von 120° überschritten wird, dass ferner bei steigender Konzentration der Säfte die Zuckerverluste im allgemeinen fallen und dass sie annähernd der Zeit der Erhitzung proportional sind, dass sie also nach 2 Stunden z. B. doppelt so hoch sind als nach einer Stunde. Die einzelnen Werte sind aus nachfolgender Tabelle ersichtlich, mit deren Hilfe man (wenn man gewisse Voraussetzungen als richtig anerkennt) für die Fälle der Praxis die Zuckerzerstörung berechnen kann.

— Tabelle 18 siehe Seite 147. —

Bei solchen Berechnungen wird, wie gleich vorweggenommen sei, der Zuckerverlust sehr gering gefunden und beträgt z. B. bei der Verdampfung noch nicht 0,01 % auf Rüben.

Da nun in vielen Fällen der Anschein dagegen spricht, dass so geringe Zerstörungen an Zucker statthaben, so ist von verschiedenen Seiten versucht worden, die Frage praktisch durch Untersuchungen im Grossen oder durch Versuche an Betriebssäften zu lösen; wie schon bemerkt werden kann, ohne dass sichere und allgemein giltige Ergebnisse erzielt wurden. Anscheinend ist es eine sehr einfache Aufgabe, die Zuckerverluste unter dem Einfluss der Temperatur zu bestimmen, indem man die Reinheitsquotienten des Saftes vorher und nachher mit einander vergleicht. In Wirklichkeit ist dieser Weg voller Schwierigkeiten. Abgesehen von den Fehlern der Probenahme, die besonders bei der Erstprodukts-füllmasse äusserst schwerwiegend sind, unterliegt die Reinheit der natürlichen Säfte beim Erhitzen Einflüssen, die nicht

Tabelle 18.

Zuckerverlust in Prozenten pro Stunde auf 100 Teile Zucker berechnet, bei Temperaturen zwischen 80° und 140° C., in Lösungen von verschiedener Konzentration nach Herzfeld.

Temp. ° C.	Zuckergehalt der Lösungen in Prozenten:								
	10 %	15 %	20 %	25 %	30 %	35 %	40 %	45 %	50 %
80	0,0444	0,0373	0,0310	0,0229	0,0157	0,0168	0,0179	0,0190	0,0200
85	0,0615	0,0520	0,0421	0,0323	0,0233	0,0243	0,0262	0,0280	0,0296
90	0,0790	0,0667	0,0541	0,0418	0,0290	0,0317	0,0344	0,0371	0,0392
95	0,0965	0,0814	0,0661	0,0512	0,0357	0,0392	0,0427	0,0461	0,0488
100	0,1140	0,0961	0,0781	0,0602	0,0423	0,0466	0,0508	0,0551	0,0584
105	0,1385	0,1162	0,0937	0,0714	0,0490	0,0539	0,0588	0,0636	0,0680
110	0,1630	0,1362	0,1093	0,0825	0,0557	0,0612	0,0667	0,0721	0,0776
111	0,1654	0,1383	0,1112	0,0841	0,0570	0,0627	0,0683	0,0739	0,0794
112	0,1677	0,1405	0,1131	0,0858	0,0583	0,0642	0,0699	0,0758	0,0814
113	0,1701	0,1426	0,1149	0,0874	0,0597	0,0658	0,0716	0,0776	0,0832
114	0,1725	0,1447	0,1168	0,0890	0,0610	0,0673	0,0732	0,0794	0,0852
115	0,1749	0,1468	0,1187	0,0906	0,0623	0,0688	0,0748	0,0812	0,0872
116	0,1772	0,1489	0,1206	0,0923	0,0637	0,0703	0,0764	0,0831	0,0890
117	0,1796	0,1511	0,1225	0,0939	0,0650	0,0719	0,0781	0,0849	0,0910
118	0,1820	0,1532	0,1244	0,0955	0,0667	0,0734	0,0801	0,0867	0,0934
119	0,2321	0,2057	0,1792	0,1527	0,1260	0,1399	0,1535	0,1670	0,1806
120	0,2823	0,2582	0,2341	0,2098	0,1857	0,2063	0,2269	0,2474	0,2678
125	0,5330	0,5206	0,5082	0,4957	0,4833	0,5386	0,5939	0,6491	0,7044
130	2,0553	1,7582	1,4610	1,1638	0,8667	0,9451	1,0235	1,1019	1,1800
135	3,5776								
140	5,1000								

zahlenmässig festzustellen sind; durch Ausscheidung fester und gasförmiger Stoffe tritt eine Erhöhung der Reinheit ein, ferner aber auch wird eine Erhöhung der Reinheit beobachtet als erste Folge der Zersetzung von Zucker und Nichtzucker-

stoffen, wahrscheinlich unter Bildung von dextrinähnlichen Stoffen. So erhielt Wackenroder nach Lippmann's Bericht *(Vereinszeitschr. 1892, 543)* beim Eindicken von Dicksäften von 91,71 und 91,19 Quotient im Vakuum Füllmassen von 92,5 und 91,97 Reinheit, und erst nach längerem Erhitzen wurden Abnahmen der Reinheit beobachtet. Damit stimmen auch die Erfahrungen der Praxis überein, dass die Füllmassen häufig höhere Reinheiten zeigen als die Dicksäfte. Dieser Weg kann also sehr irreführen und damit ist es erklärt, dass die Befunde verschiedener Versuchsansteller oft ganz entgegengesetzte Ergebnisse zeitigen, ganz abgesehen davon, dass vielfach die Versuchsanordnung von vornherein mangelhaft war, dass fehlerhafte Methoden zur Bestimmung der Verluste verwendet wurden oder dass endlich eine Kontrolle der Versuche und der Versuchsresultate unmöglich ist und infolgedessen deren Wert oder Unwert zweifelhaft bleibt, weil die Versuchsansteller über die Versuchsbedingungen ungenügende oder gar keine Angaben machen.

So fand Battut *(Bull. de l'Assoc. 1892/93, 135; Vereinszeitschr. 1892, 812)* im Betriebe die Zuckerverluste auf 0,108 % auf 100 kg Rüben bei der Verdampfung und 0,360 % beim Verkochen; aber er begnügt sich bei der Beschreibung der Versuche mit der Angabe, dass die in die Verdampfung oder Verkochung eingeführten und austretenden Zuckermengen „genau und direkt" ermittelt wurden, was nach ihm in einer Fabrik mit guter chemischer Überwachung keine Schwierigkeiten macht, während tatsächlich diese Schwierigkeiten im laufenden Betriebe sehr gross sind und z. B. die Verwendung besonderer Messapparate für den Saft notwendig ist. Diese Ergebnisse hat er durch Versuche im Kleinen bestätigt gefunden, indem er Betriebs-Dünnsaft in Glasgefässen bei

Temperaturen und Luftleeren, die den Verhältnissen des Grossbetriebes entsprachen, entsprechende Zeit erhitzte, er fand dann einen Verlust von 0,092 bei der Verdampfung und 0,286 % beim Verkochen. Jedoch waren die Bedingungen auch dieser Versuche fehlerhaft, indem er z. B. die Dauer der Verdampfung auf 3 Stunden bemass, während sie nur 1 Stunde betragen soll, ausserdem sind derartige hohe Verluste ausgeschlossen, da sie einen solchen Alkalitätsrückgang zur Folge haben müssten, wie er tatsächlich nicht beobachtet wurde. Einem Zuckerverlust von 0,09 % bei der Verdampfung entspräche z. B. ein Alkalitätsverlust von 0,11 % CaO.

Breton *(Bull. de l'Assoc. 1892/93, 120; Vereinszeitschr. 1892, 924)* benutzte zur Bestimmung der Zuckerverluste beim Verdampfen und Verkochen den Salz-Quotienten, d. i. das Verhältnis zwischen Zucker und Asche, später das Verhältnis von Zucker zu Kaliasche, und fand auf diesem Wege, dass beim Verdampfen fast gar kein Zucker zerstört wurde, beim Verkochen aber 0,55 Teile auf 100 Teile Zucker oder 0,07 % auf Rüben. Der Wert dieser Zahlen, die auf theoretisch ziemlich einwandfreie Weise gewonnen sind, leidet aber auch unter mangelhafter Beschreibung der Probenahme und der Versuchsverhältnisse, sodass diese Zahlen nicht verallgemeinert werden können, da in jeder Fabrik die Verhältnisse beim Verdampfen und Verkochen ganz verschieden sind.

Mehrfach hat sich Felcmann mit solchen Versuchen im Grossbetriebe beschäftigt. Er, sowie Hyros und Merita *(Böhm. Zeitschr. 1890/91, 282, 292)* beobachteten, besonders in Jahrgängen, wo die Säfte einen sehr hohen Rückgang der Alkalität zeigten, dass beim Verdampfen mit $^3/_4$ Atm. Überdruck im Heizdampf die Säfte sich ganz auffällig dunkel rotbraun verfärbten, während diese Erscheinung zu Beginn

der Kampagne, wenn die Verdampfapparate noch keinen Steinabsatz zeigten, sodass mit 0,2—0,3 Atm. Überdruck verdampft werden konnte, nicht auftrat. Felcmann schätzte den Zuckerverlust, der die Ursache dieser Erscheinungen war, auf ¹/₄ %. Später *(Böhm. Zeitschr. 1891/92, 582)* fand er, indem er aller Viertelstunden Proben des Dünnsaftes und Dicksaftes entnahm, dass, während der Dünnsaft einen scheinbaren Quotienten von 91,31 hatte, dieser beim Dicksaft 91,32 betrug, also ebensoviel, während er infolge der Kontraktion bei der Konzentration des Saftes erfahrungsgemäss um 0,7 höher sein müsste, und berechnete auf diese Weise den Zuckerverlust bei der Verdampfung auf 0,106 % auf Rüben. Für die Verkochung fand er auf ähnliche Weise, aber aus den wirklichen Quotienten, einen Verlust von 0,035 %. Nun ist aber doch die Höhe der scheinbaren Quotienten sovielen unbekannten Einflüssen unterworfen, dass sie als Grundlage für Verlustberechnung nicht wohl dienen kann, grossen Wert kann man daher dem Befunde für die Verdampfung nicht zumessen. Höheren Wert hat der Befund für die Verkochung, der nur darunter leidet, dass nähere Angaben über die Kochdauer und die anderen Versuchsbedingungen fehlen, ferner unter dem von Felcmann selbst zugegebenen Übelstande, dass es äusserst schwierig ist, von Erstproduktfüllmasse eine richtige Durchschnittsprobe zu erhalten. Schliesslich handelte es sich auch bei diesen Versuchen um abnorme Säfte, sodass die Resultate auf normale Verhältnisse nicht übertragbar sind. — Da die Reinheit der Säfte, wie erwähnt, bei der Verdampfung auch beeinflusst wird durch die Abscheidung von Kalksalzen und anderen festen Stoffen, die sich an den Heizwänden ansetzen, so hat Felcmann später in Gemeinschaft mit Herles *(Böhm. Zeitschr. 1893/94, 16)*

eine besondere Vorschrift zur Bestimmung der Verdampfungs-Zuckerverluste im Fabrikbetriebe gegeben, die darauf beruht, dass in den Produkten vor und nach dem Verdampfen durch genaue Analysen der Zucker und ein solcher Bestandteil des Saftes bestimmt wird, welcher sich bei der Verdampfung nicht ändert und den Zucker bis in die Füllmasse begleitet. Ein solcher verhältnismässig leicht bestimmbarer Bestandteil ist der im wesentlichen aus Alkalisulfaten bestehende wasserlösliche Teil der Asche. Aus dem Fallen des Verhältnisses zwischen Zucker und löslicher Asche kann man dann leicht den Grad der Zuckerzerstörung berechnen. Auf diese Weise fand Felemann *(Böhm. Zeitschr. 1893/94, 462)* in der Kampagne 1893, als abnorme, unreife Rüben verarbeitet wurden, sodass die Säfte ihre Alkalität während des Verdampfens fast vollständig verloren, in einem Vierkörper, dessen erster Körper bei 1,1 Atm. Überdruck des Heizdampfes bei 117 ° kochte, während 5 verschiedener Wochen folgende Verluste:

Tabelle 19.

Verluste beim Verdampfen nach Felemann.

Woche	Dünnsaft			Dicksaft			Verlust in % berechnet	
	Pol.	Lösliche Asche	Verhältnis-Zahl	Pol.	Lösliche Asche	Verhältnis-Zahl	auf Zucker	auf Rüben
1	10,65	0,465	22,898	53,9	2,381	22,637	1,14	0,160
2	10,47	0,430	24,348	52,6	2,181	24,073	1,12	0,160
3	10,87	0,432	25,162	53,15	2,155	24,663	1,98	0,284
4	10,85	0,495	21,919	40,45	1,884	21,470	2,04	0,284
5	11,14	0,446	24,977	38,3	1,575	24,317	2,64	0,363

Die Verluste wären danach sehr bedeutend und überstiegen, besonders gegen Ende der Kampagne, wo sie auf-

fällig zunahmen, noch die von Battut gefundenen Werte. Aber ganz abgesehen davon, dass es sich um abnorme Säfte handelte, die ihre Alkalität so stark verloren, dass der Dicksaft neutral (gegen Phenolphtaleïn vielleicht schon sauer) wurde, so haben Winkler *(Böhm. Zeitschr. 1893/94, 185)* und Strohmer und Stift *(Östr. Zeitschr. 1894, 937)* gezeigt, dass das theoretisch einwandfreie Untersuchungsverfahren Felcmann's in der Praxis vollkommen unbrauchbar ist, weil schon die geringsten, unvermeidlichen Analysenfehler (so besonders bei der Bestimmung der löslichen Asche schon Fehler von 0,01 %) das Resultat derartig beeinflussen, dass die Zuckerverluste auf Rüben verschwinden oder ein scheinbarer Gewinn an Zucker sich ergeben kann. Dazu kommt dann noch, dass es im Betriebe unmöglich ist, wirklich diejenigen Dicksaft- oder Füllmasseproben zu nehmen, die einer bestimmten Anzahl Proben Dünnsaftes entsprechen, und daher fand Stift nach dem Verfahren Felcmann's bei 4 Versuchen im Grossen in 2 verschiedenen Fabriken, unter den peinlichsten Vorsichtsmassregeln, und bei ständiger Kontrolle der Probenahme jedesmal einen Gewinn an Zucker.

Das Verhalten von Betriebssäften beim Erhitzen haben endlich noch Weisberg *(Vereinszeitschr. 1894, 883; Bull. de l'Assoc. 1891/92, 866)* und Pellet *(Bull. de l'Assoc. 1898/99, 654)* studiert und übereinstimmend gefunden, dass Dünnsäfte beim Erhitzen bis zu 100 ° gar keine oder nur eine ganz geringe Zuckerzersetzung und dementsprechenden Rückgang der Reinheit zeigen. Auch ein 2stündiges Erhitzen auf 107 ° hat nach Pellet wohl einen Alkalitätsrückgang und dunklere Färbung der Säfte zur Folge, aber bewirkt keinen Rückgang der Reinheit.

Da also zahlenmässige Angaben über die Zersetzung von Dünnsäften des Betriebes bei verschiedenen Temperaturen bisher nicht vorliegen und sämtliche bisherigen Versuche im Grossen, wie gezeigt wurde, einwandfreie Unterlagen für die Feststellung der Höhe der Zuckerverluste nicht geben, so hat Claassen die Ergebnisse Herzfeld's an alkalischen reinen Zuckerlösungen benutzt, um daraus unter Berücksichtigung der in der Praxis vorkommenden Temperaturen und Erhitzungszeiten Berechnungen über die Höhe der Zuckerzerstörungen bei bestimmten Arbeitsweisen anzustellen (*Vereinszeitschr. 1893, 786*). Er ging dabei von der Voraussetzung aus, dass die Zahlen Herzfeld's trotz der Temperaturunterschiede, die im praktischen Betriebe zwischen Heizdampf und in geringerem Masse auch zwischen Heizwand und zu erhitzender Flüssigkeit bestehen, direkt für solche Berechnungen anwendbar seien, wenn der Saft sich schnell an der Heizwand vorbeibewegt, wie dies bei der Verdampfung und in geringerem Masse auch bei der Anwärmung der Fall ist, ausserdem sind bei Anwärmung und Verdampfung auch diese Temperatur-Differenzen meist nur gering.

Für die Mengen Zucker, die beim Anwärmen der Dünnsäfte zerstört werden, ergeben sich dann folgende Zahlen, unter der Annahme, dass im Dünnsaft 13 % Zucker auf 100 Rüben gewonnen werden.

— Tabelle 20 siehe Seite 154. —

Tabelle 20.

Zuckerverlust beim Anwärmen der Dünnsäfte.

Station	Durchschnittl. Aufenthalt des Saftes Minuten	Durchschnittl. Temperatur ° C.	Zuckerverlust auf 100 Zucker nach Herzfeld in 1 Stunde	Zuckerverlust auf 100 Zucker in der Aufenthaltszeit	Zuckerverlust auf 100 Rüben
1. Trockenscheidung .	20	80	0,0444	0,0148	
2. I. Saturation . . .	24	90	0,0790	0,0316	
3. II. Saturation . . .	20	95	0,0965	0,0322	
4. III. Saturation . . .	20	100	0,1140	0,0380	
5. Sammelkasten	10	95	0,0965	0,0161	
			Summe:	**0,1327**	**0,0172**

Die angeführten Arbeitszeiten gelten für eine flotte Arbeit in der Fabrik, sobald irgendwo eine Stockung im Betriebe eintritt, sind sie grösser und die Zuckerverluste werden dementsprechend auch grösser.

Im Dicksaft werden folgende Zuckermengen zerstört:

Tabelle 21.

Zuckerverlust durch Wärme in den Dicksäften.

Station	Durchschnittl. Aufenthalt des Saftes Minuten	Durchschnittl. Temperatur ° C.	Zuckerverlust auf 100 Zucker nach Herzfeld in 1 Stunde	Zuckerverlust auf 100 Zucker in der Aufenthaltszeit	Zuckerverlust auf 100 Rüben
1. Sammelkasten für unfiltrierten Dicksaft	45	95	0,0488	0,0366	
2. Sammelkasten für filtrierten Dicksaft .	60	90	0,0392	0,0392	
			Summe:	**0,0758**	**0,0098**

Auch hier können die Aufenthaltzeiten bedeutend verlängert werden, im Kasten für unfiltrierten Saft, wenn die Filtrierapparate schlecht laufen, und im Kasten für filtrierten Saft, wenn die Vakuumapparate nicht leistungsfähig genug sind. Die Zuckerverluste können dann zeitweilig wohl auf das Doppelte steigen.

Die Verluste bei der Verdampfung berechnet Claassen für stehende Verdampfapparate, in denen nach seiner Methode der Rieselung von unten verdampft wird, und zwar für drei verschiedene Arten der Verdampfung, wie sie in der Praxis am häufigsten ausgeübt werden, nämlich 1. für einen Vierkörper-Apparat mit hoher Retourdampfspannung (3/4 Atm. Überdruck, die beiden ersten Körper mit Siedetemperaturen über 100 °), 2. für einen Vierkörper-Apparat mit niedriger Retourdampfspannung (1/4 Atm. Überdruck) und 3. für einen Dreikörper-Apparat mit Vorkocher, welch letzterer mit 1 Atm. Spannung betrieben wird.

Tabelle 22.

Zuckerverluste bei der Verdampfung.

I. Vierkörper mit 3/4 Atm. Retourdampfspannung.

	Aufenthaltszeit Minuten	Temperatur des Saftes ° C.	Zuckergehalt %	Zuckerverlust auf 100 Zucker nach Herzfeld in 1 Stunde	Zuckerverlust auf 100 Zucker in der Aufenthaltszeit	Zuckerverlust auf Rüben %
Körper I	7	112	10	0,1677	0,0195	
„ II	8	105	15	0,1162	0,0155	
„ III	12	95	25	0,0512	0,0102	
„ IV	27	68	50	(0,0100)	0,0045	
	54			Annahme	**0,0497**	**0,0065**
II. Vierkörper mit 1/4 Atm. Retourdampfspannung.						
Körper I	8	102	10	0,1230	0,0164	
„ II	11	96	15	0,0844	0,0155	
„ III	17	86	25	0,0342	0,0097	
„ IV	43	65	50	(0,0100)	0,0071	
	79			Annahme	**0,0487**	**0,0063**
III. Dreikörper mit Vorkocher (System Pauly).						
Vorkocher	6 1/2	120,8	10	0,330	0,0358	
Körper I	9	106,2	15	0,120	0,0180	
„ II	14	96,8	25	0,055	0,0128	
„ III	27	67,7	50	(0,010)	0,0045	
	57			Annahme	**0,0711**	**0,0092**

Diese Zahlen gelten für niedrigen Saftstand in den Apparaten und bei richtiger Zusammenstellung der einzelnen Körper und zeigen dann das überraschende Ergebnis, dass auch im ungünstigsten Falle der Verlust durch Zuckerzerstörung noch nicht 0,01 % beträgt und nicht so hoch ist wie der Verlust des Dünnsaftes oder Dicksaftes während der sonstigen Verarbeitung. Bei hohem Saftstande können allerdings nach Claassen die Verluste infolge des grossen Saftinhaltes und der dadurch verlängerten Aufenthaltzeit doppelt oder sogar dreifach so hoch sein. Ebenso tritt eine Erhöhung der Verluste ein, wenn die Heizflächen zu gross sind oder wenn der Raum unter dem Heizkörper zu gross ist. In solchen ungünstigen Fällen können die Verluste wohl auf 0,03 % steigen. Interessant ist die aus den Berechnungen sich ergebende Tatsache, dass im Vierkörper die Anwendung eines hohen Retourdampfdruckes keine grösseren Zuckerverluste veranlasst als ein niedriger Druck. Die Wirkung der höheren Temperatur wird hier aufgehoben durch den kürzeren Aufenthalt des Saftes; die Grenze, die dabei nicht überschritten werden darf, wenn grössere Verluste vermieden werden sollen, liegt zwischen 115—120 °.

Eine Berechnung der bei dem Verkochen zerstörten Zuckermengen hat Claassen nicht aufgestellt, weil die Zeitdauer des Saftaufenthaltes im Vakuum nicht genau festzustellen ist, die Temperaturen in der kochenden Füllmasse sehr ungleich sind und gleichfalls nicht genau bestimmt werden können und weil schliesslich in diesem Falle der Einfluss der höheren Temperatur des Heizdampfes, die mindestens 30—40 ° über der der kochenden Masse liegt, nicht vernachlässigt werden kann.

In den verschiedenen Stadien eines normalen Betriebes bis zur Verdampfung finden also nach Claassen's Berechnungen folgende Zuckerverluste infolge der Wärme statt:

Tabelle 23.

Zusammenstellung der Zuckerverluste durch Wärme.

Station		Aufenthalt Minuten	Zuckerverluste auf 100 Zucker	Zuckerverluste auf 100 Rüben
	in den Dünnsaft-Stationen . . .	94	0,1327	0,0172
	„ „ Dicksaftbehältern	105	0,0758	0,0098
in dem Verdampf-Apparat	a) Vierkörper, hohe Spannung	54	0,0497	0,0065
	b) „ , niedrige „	79	0,0487	0,0063
	c) Dreikörper mit Saftkocher .	57	0,0711	0,0092

Zusammen beträgt dieser Verlust demnach 0,033—0,036 %.

Wenn nun die Frage aufgeworfen wird, ob der Zuckerverlust im praktischen Betriebe auch wirklich seiner Höhe nach diesen berechneten Zahlen entspricht, so können zwei Einwendungen erhoben werden. Der erste Einwand wird sein, dass bei den Berechnungen die höhere Temperatur, die der Heizdampf gegenüber den Säften besitzt, nicht berücksichtigt worden sei. Für die Erwärmung oder das Warmhalten der Dünn- und Dicksäfte ist dieser Einwand unwesentlich, da die Heizflächen im Verhältnis zur Menge des Saftes meistens nur klein sind. Anders könnte die Frage liegen bei den grossen Heizflächen der Verdampfapparate. Nimmt man nun aber beispielsweise an, dass in den Verdampfapparaten ein Zehntel der gesamten Saftmenge nicht die Temperatur des übrigen Saftes, sondern die Temperatur des Heizdampfes besässe (diese Annahme ist zweifellos ungünstiger, als wie

sich die Temperaturverhältnisse in Wirklichkeit gestalten), und berechnet unter dieser Annahme die Zuckerzerstörung nach der Herzfeld'schen Tabelle, so erhält man folgende Resultate:

Tabelle 24.

Zuckerzerstörung beim Verdampfen unter Berücksichtigung der Temperatur der Heizfläche.

	Zuckerzerstörung auf 100 Rüben	
	nach Claassen	unter Rücksicht auf die Temperatur des Heizdampfes
1. Vierkörper, hoher Druck	0,0065	0,0068
2. „ , niedriger Druck	0,0063	0,0067
3. Dreikörper mit Saftkocher	0,0092	0,0112

Das sind Unterschiede, die praktisch garnicht in Betracht kommen, vielmehr bleibt bei richtiger Konstruktion und Betrieb der Verdampfapparate der Zuckerverlust auch unter dieser ungünstigen Annahme nicht höher als 0,01 %.

Sodann kann der Einwand erhoben werden, dass diese Berechnungen für alkalische, reine Zuckerlösungen gelten können, aber nicht für die Säfte des Betriebes, die 5—8 % Nichtzuckerstoffe auf 100 Teile Zucker enthalten. Dieser Einwand kann berechtigt erscheinen, denn es ist denkbar, dass die Nichtzuckerstoffe die Zersetzung des Zuckers in irgend einer Weise beeinflussen, und ferner ist es möglich, dass diese Nichtzuckerstoffe selbst unter der Wirkung der Wärme Veränderungen und damit Änderungen ihres Polarisationswertes erleiden. Nun geht aus den wenigen Versuchen, die über das Verhalten des Betriebssaftes vorliegen, bisher nur hervor, dass diese beim Erhitzen auf 100—102 ° (Weisberg) und auf 107 ° (Pellet) wohl eine Zunahme der Färbung,

aber keine Zersetzung in der Höhe, dass ein Sinken der Reinheit beobachtet wird, aufweisen. Bis zu diesen Temperaturen verhalten sich also Zuckersäfte des Betriebes wie reine Zuckerlösungen, und das berechtigt zu der Annahme, dass der Einfluss der Nichtzuckerstoffe auch in der kurzen Zeit, in der die Säfte beim Verdampfen höheren Temperaturen ausgesetzt sind, so gering sein wird, dass er das Endergebnis wenig ändert. Es ist möglich, dass, wenn einmal Zahlenangaben über den Einfluss der Wärme auf Zuckersäfte des Betriebes vorliegen, die für reine Zuckerlösungen berechneten Werte Korrekturen erfahren müssen, aber beträchtlich werden diese nicht sein.

Dies bestätigen auch die Untersuchungen von Jesser, der aus dem im Betrieb beobachteten Alkalitätsrückgang vom Dünnsaft bis zur Füllmasse I die Menge des zerstörten Zuckers berechnete und auf diesem Wege bei der Verdampfung einen Verlust von 0,061 % auf 100 Zucker, bei der Verkochung von 0,013 %, zusammen also von 0,074 % auf 100 Zucker oder von etwa 0,009 bis 0,010 % auf 100 Rüben feststellte *(Böhm. Zeitschr. 1894/95, 1)*. Diese für Betriebssäfte geltenden Zahlen sind also fast identisch mit den für reine Zuckerlösungen berechneten. Auch Andrlik *(Böhm. Zeitschr. 1897/98, 525)* fand beim Erhitzen von Dünnsäften, wenn diese alkalisch waren und nicht allzu lange Zeit (1 Stunde) bis 115° erhitzt wurden, Verluste, die mit den Befunden Herzfeld's an reinen Zuckerlösungen übereinstimmten; in Fabrik-Dicksäften von 51—56 Polarisation wurde sogar nach 4- bis 6stündigem Kochen nur ein Verlust von 0,025 % auf 100 Teile Zucker festgestellt, also bedeutend weniger als nach Herzfeld, nach dem bei reinen Zuckerlösungen die Verluste schon in 1 Stunde doppelt so hoch waren, und also

eher eine Stütze für die Annahme, dass der Nichtzucker der Säfte unter der Wirkung der Wärme eine höhere Rechtsdrehung annimmt.

Die Summe der Verluste durch Anwärmung und Verdampfung beträgt nach Claassen 0,033—0,036 %. Bei längerem Aufenthalt der Säfte jedoch auf den einzelnen Stationen, sei es infolge von grösseren oder kleineren Betriebstockungen oder infolge ungenügender Konstruktion der Apparate, können diese Verluste den 2- bis 3fachen Wert erreichen. Da nun kleinere Überschreitungen der Aufenthaltsdauer in den verschiedenen Stationen häufig vorkommen, so wird, je nachdem die Anlagen für Anwärmung und Verdampfung einer Fabrik mehr oder weniger rationell konstruiert sind, der Zuckerverlust auf den genannten Stationen mit 0,05—0,10 % auf 100 Rüben in die Verlustrechnung eingesetzt werden können. Beachtenswert ist dabei besonders, dass die Verluste zum weitaus überwiegenden Teil, zu $^3/_4$, auf die Anwärmung entfallen und nur zu etwa $^1/_4$, also 0,01 bis 0,03 %, auf die Verdampfung.

Über die Höhe der Verluste bei der Verkochung sind Zahlenangaben kaum möglich, zumal die Verhältnisse (Apparatur, Spannung des Heizdampfes, Kochdauer) in den einzelnen Fabriken sehr verschieden sind und ihre Berechnung nach der Tabelle von Herzfeld, wie erwähnt, nicht angeht. Aber sie werden gleich den Verlusten bei der Verdampfung nur unbedeutend sein. Macht man (auf Grund der Zahlen Herzfeld's für eine Lösung von 50 % Zuckergehalt) eine oberflächliche Schätzung unter der Annahme, dass die Kochdauer 10 Stunden und daher der durchschnittliche Aufenthalt des Saftes im Vakuum 5 Stunden beträgt, dass die durchschnittliche Kochtemperatur von $^9/_{10}$ der Masse 80 ° und von

$^{1}/_{10}$ der Masse 120 ° (Temperatur des Heizdampfes) wäre, so ergibt sich folgende Rechnung:

Tabelle 25.

Berechnung der Zuckerverluste während der Verkochung.

Kochdauer Stunden	Saftmenge	Zuckerverlust in 1 Stunde auf 100 Zucker	Zuckerverlust während der Kochdauer auf 100 Zucker	Zuckerverlust während der Kochdauer auf 100 Rüben (13 % Zucker in der Füllmasse)
5	$^{9}/_{10}$	0,020	$5 \times {}^{9}/_{10} \times 0{,}02 = 0{,}090$	
5	$^{1}/_{10}$	0,270	$5 \times {}^{1}/_{10} \times 0{,}27 = 0{,}135$	
			0,225	**0,029**

Einen ähnlichen Wert erhält man, wenn man die Zuckerverluste der Raffinerien zu Grunde legt, die nach v. Lippmann *(Vereinszeitschr. 1885, 407)* für jede Verkochung 0,3—0,4 %, nach neueren Angaben 0,4—0,5 % *(Vereinszeitschr. 1903, 1134)* des Zuckers betragen. Wenn in der Füllmasse 13 % Zucker auf Rüben erhalten wird, ergäbe das 0,039—0,065 % Zuckerverlust auf Rüben. Damit stimmen auch annähernd die Verluste für das Verkochen, die im praktischen Betriebe von Felcmann mit 0,035 %, von Breton mit 0,07 % festgestellt wurden. Niedriger ist der Verlust bei der Verkochung nach Jesser, der ihn nach dem Alkalitätsrückgang auf nur 0,013 % auf 100 Teile Zucker berechnet. Dies sind allerdings alles Werte, denen die volle Sicherheit noch fehlt, immerhin scheinen sie zu bestätigen, dass die Verluste beim Verkochen nur gering sind und höchstens um etwa 0,05 % schwanken.

Als Gesamtverlust für die Anwärmung, Verdampfung und Verkochung wäre danach 0,10—0,15 %, in den allerungünstigsten Fällen vielleicht 0,20 % anzunehmen.

Dieser Verlust von 0,10—0,15 % ist als ein Verlust an wirklichem Zucker zu betrachten. Wenn trotzdem im Betriebe oft die Beobachtung gemacht wird, dass die Füllmasse eine gleiche oder höhere Reinheit besitzt, so widerspricht dies nicht der Tatsache, dass Zuckerverluste vorhanden sind; denn abgesehen davon, dass die Reinheitsbestimmungen der Füllmasse mindestens eine Fehlergrenze von 0,2 % haben und meistens zu hoch ausfallen, weil die Füllmasse sich schon vor der Probenahme zum Teil ausdeckt, d. h. sich die Kristalle vom Sirup absondern, erklärt sich diese Erscheinung durch die Bildung dextrinähnlicher Stoffe, die durch die Zersetzung des Zuckers zuerst entstehen und die stark rechts drehen.

Wesentlich anders liegen die Verhältnisse natürlich bei Verarbeitung neutraler oder saurer Säfte oder von Säften aus unreifen, erfrorenen oder verdorbenen Rüben, die während der Verarbeitung einen so starken Alkalitätsrückgang aufweisen, dass sie sauer werden. Durch vielfache Versuche (u. a. von Eckleben, *Vereinszeitschr. 1890, 817*) steht fest, dass bei den Temperaturen besonders der Verdampfung selbst neutrale Lösungen, saure also in noch viel höherem Grade, rasch und vollständig invertiert werden. Die Verarbeitung von neutralen oder sauren Säften muss daher unbedingt Zuckerverluste hervorrufen, die mehrmals diejenigen in alkalischen Säften übersteigen. In ähnlicher, wenn auch nicht so starker Weise werden die Zuckerverluste erhöht durch die Anwendung zu hoher Temperaturen, wobei 120 ° nach der allgemeinen Anschauung der kompetenten Beurteiler die Grenze darstellt, die auf keinen Fall überschritten werden darf. Verstösse gegen diese beiden Grundregeln erklären die starken Zersetzungen und Zuckerzerstörungen mit all ihren schädlichen Folgen, die zuweilen beobachtet worden sind, und welche die

Anschauung aufkommen liessen, dass die Zuckerverluste durch Wirkung der Wärme im allgemeinen eine sehr grosse Höhe erreichten, während sie tatsächlich gering sind.

Verluste durch Wirkung von Mikroorganismen.

Unsachgemässe Behandlung der Säfte bei der Filtration und unzweckmässige Anlage der Verdampfapparate und Saftfänger kann auch der Grund sein, warum die alkalischen und erhitzten Säfte dennoch Zuckerzerstörung durch Mikroorganismen erleiden, obwohl diese im normalen Verlaufe der Dinge hier die ungünstigsten Bedingungen für ihre Entwickelung vorfinden. Die hohen Wärmegrade und der Kalk töten die Keime vollständig und lassen nur in einzelnen Fällen die Dauersporen der sporenbildenden Arten am Leben, welche aber in der Regel nicht mehr schädlich wirken können, weil sie die für ihre Entwicklung günstige Temperatur im weiteren Verlaufe der Fabrikation nicht mehr vorfinden. Diese Wirkung der Wärme und des Kalkes lassen folgende Ergebnisse der Untersuchungen Laxa's *(Böhm. Zeitschr. 1899/1900, 423)* erkennen, welche besonders deutlich die Folgen unsachgemässer Behandlung der Säfte zeigen:

Tabelle 26.

Zahl der Mikroorganismen in Betriebsäften nach Laxa.

Art des Saftes	1 ccm enthält Keime
Diffusionssaft aus dem Messkasten	unzählige
Dünnsaft nach der I. Saturation	steril
Dicksaft von Filter A	steril
Dicksaft von Filter B (verschmutzt, Temp. 73 °) . .	unzählige!
Dicksaft aus dem Reservoir	75

Ähnlich zu deuten sind die etwas abweichenden Ergebnisse Schöne's, der ausserdem offenbar in erhöhtem Masse mit sporenbildenden Organismen zu tun hatte.

Tabelle 27.

Zahl der Mikroorganismen in Betriebsäften nach Schöne.

Art des Saftes	Zahl der Keime in 1 ccm oder 1 gr			
	Fabrik I	Fabrik II	Fabrik III	Fabrik IV
I. Saturation unfiltriert	6	15	steril	einige
I. Saturation filtriert	steril	106	7	4 700
II. Saturation	60	2	—	einige
Mittelsaft	—	1	—	—
Dicksaft	8 000	360	360	30 500
Dicksaft über Holzwolle filtriert	1 400	—	60	400
Vakuum	einige	113	160	12 700

In Fabrik II und III kann man hiernach die Säfte in allen Fällen für die Verhältnisse der Praxis steril nennen, dagegen zeigt besonders Fabrik IV eine ziemlich starke Infektion, hauptsächlich des Dicksaftes, welche nur als Neu-Infektion durch in der Luft schwebende Sporen erklärlich ist.

Ausser bei unsachgemässer Behandlung der Säfte, welche vorliegt, wenn man diese sich zu stark abkühlen lässt oder die Filtervorrichtungen nicht genügend sauber hält, kann Zuckerzerstörung durch Mikroorganismen auch als Folge unzweckmässiger Konstruktionen der Saftfänger an den Verdampf-

apparaten auftreten. Besonders im Saftfänger des Dicksaftkörpers, an dessen Wandungen schon verhältnismässig niedrige Temperaturen herrschen, liegen die Bedingungen für die Entwicklung von Bakterien und niedrigen Pilzen garnicht so ungünstig. Wenn sich dann noch Reste des Saftes in den Vorrichtungen, welche ihn in den Dicksaftkörper zurückführen sollen, einige Zeit ansammeln können und sich dort z. B. in den Betriebspausen noch weiter abkühlen, so können die wenigen im Saft verbliebenen Sporen zur Entwicklung kommen und bald ganze Kolonien bilden. Tatsächlich wird denn auch zuweilen das Auftreten von Gallertmassen in Saftfängern beobachtet. Auf diese Weise wird schliesslich auch der Inhalt des Dicksaftkörpers infiziert, in welchem an kühlen Stellen, besonders wenn der Raum unterhalb des Heizkörpers zu gross ist, sodass dort eine ungenügende Zirkulation des Saftes herrscht, die Mikroorganismen sich ungestört weiter entwickeln, Zucker in nicht unwesentlichem Masse zerstören und gleichzeitig einen stärkeren Rückgang der Alkalität verursachen können. Saillard stellte Gährungsverluste im Dicksaft in einem ähnlichen Falle fest, wo der Verdampfapparat zwei dritte Körper besass, welche abwechselnd benutzt wurden *(Circ. Hebd. 1904, Nr. 815)*. Einen andern Fall erwähnt v. Lippmann *(Vereinszeitschr. 1904, 1313)*, wo zu Ende der Woche in einem unverhältnismässig grossen Dicksaftkörper regelmässig durch Leuconostoc Inversion, Säure- und Schleimbildung auftraten, obwohl der Körper in den Betriebspausen stets sorgfältig ausgekocht wurde; die Infektion erfolgte hier von den sehr weiten und grossen Saftstandgläsern aus, in diesen und ihren Anschlüssen hatten sich Leuconostoc-Kolonien angesiedelt.

Mechanische Verluste.

Die mechanischen Verluste, die beim Verdampfen und Verkochen auftreten, kann man einteilen in rein mechanische Verluste und in Verluste aus physikalischen Ursachen, nämlich durch Überreissen kleiner Saftteilchen in den Brüden.

Die rein mechanischen Verluste lassen sich sämtlich mehr oder weniger vermeiden. Unbedingt kann verhütet werden, dass Saft durch falsche Ventilstellung oder Böswilligkeit direkt fortläuft, indem man die zum Leerziehen des Verdampfapparates in Arbeitspausen dienenden Ventile unter Verschluss hält. Überkochen in den einzelnen Körpern und Saftverluste durch Undichtigkeiten der Heizrohre machen sich, da die Brüden- und Kondenswässer fast allgemein zum Kesselspeisen benutzt werden, sofort kenntlich durch das Auftreten des charakteristischen Geruches, der schon beim Vorhandensein sehr geringer Zuckermengen in den Dampfkesseln auftritt. Nach Pellet genügt eine Menge von 40 kg Zucker (diese Angabe ist nach unserer Ansicht viel zu hoch) auf einen Kessel von 20—25 cbm Wasserinhalt, um die charakteristischen Erscheinungen hervorzurufen, sodass also auf diese Weise ein irgendwie erheblicher Zuckerverlust nicht unerkannt bleiben kann.

Wesentlicher und zum Teil unvermeidlich sind die Zuckerverluste, die durch Überreissen kleinster Saftteilchen mit dem entwickelten Brüden entstehen. Wenn man auch durch genügenden Steigraum der Apparate und durch Saftfänger diesen Verlust auf ein sehr geringes Mass beschränken kann, so ist er doch fast nie vollständig zu unterdrücken. Soweit durch diese Ursache Verluste in den vorderen Körpern

des Verdampfapparates entstehen, werden sich diese durch die ganz regelmässig zu beobachtende Dunkelfärbung und die Abnahme der Alkalität des Kesselwassers, und sofern sie irgend erheblich sind, durch den Zuckergehalt des Brüdenwassers und seine Folgeerscheinungen erkennen lassen. Treten Verluste durch Überreissen im letzten Körper oder durch Überreissen und eventuell auch durch Überkochen in den Vakuumapparaten ein, so muss sich der verlorene Zucker im Fallwasser wiederfinden. Aus diesem Grunde gehört die Untersuchung des Fallwassers auf Zucker als notwendiger Bestandteil zu jeder vollständigen Betriebskontrolle und Verlustbestimmung.

Die Menge des Fallwassers beträgt etwa 700—1000 % des Rübengewichtes und ist in den einzelnen Fabriken je nach der Leistungsfähigkeit des Kondensators, der Art des Verdampfapparates (ob drei- oder mehrfache Verdampfung) und der Temperatur des Einspritzwassers verschieden. Da jedoch der Zuckergehalt des Fallwassers in der Regel äusserst gering ist, kann man ohne erheblichen Fehler eine bestimmte Normalmenge annehmen, da eine Messung des Fallwassers nicht möglich ist. Einen Anhalt für seine Menge erhält man nach Claassen durch Berechnung aus der Menge und den Temperaturen des zu kondensierenden Brüdens und aus der Temperatur des Einspritzwassers und des abfliessenden Wassers. Die Menge des Brüdendampfes B aus den Verdampf- und Kochapparaten lässt sich annähernd aus den Saftmengen und Saftdichten berechnen, die Temperatur t_b des Brüdendampfes und t_k des Einspritzwassers, die fast immer die gleichen bleiben, ist leicht festzustellen und die wechselnde Temperatur t_p des abfliessenden Wassers wird ihrem Mittelwerte nach durch häufige Ablesungen bestimmt. Dann berechnet

sich die Menge F des Fallwassers nach der bekannten Formel

$$B \cdot \frac{605{,}5 + 0{,}305\ (t_b - t_p)}{t_p - t_k}$$

Eine Durchschnittsprobe des Fallwassers ist leicht durch einen Tropfhahn zu entnehmen; von der Probe nimmt man in gewissen Zwischenräumen, etwa halbstündlich, einen bestimmten Teil und dampft ihn unter Zusatz von etwas Soda ein, welches die Zersetzung des Zuckers verhindert. Die im Laufe einer Schicht auf diese Weise erhaltene konzentrierte Flüssigkeit wird auf ein bestimmtes Volumen gebracht und dann in ihr der Zucker durch Polarisation bestimmt; der erhaltene Wert wird auf die Gesamtmenge des eingedampften Fallwassers umgerechnet und gibt dessen durchschnittlichen Zuckergehalt an. Dieser ist sehr gering und beträgt meist nur 10—20 g Zucker auf 1 cbm Wasser, sodass der Verlust durch das Fallwasser 0,01—0,02 % auf Rüben ausmacht. Es kann jedoch vorkommen und ist unter besonders ungünstigen Umständen beobachtet worden, dass die Zuckerverluste im Fallwasser mehrere Zehntel Prozent betrugen.

d) Bestimmung der gewonnenen Produkte.

Bei der Verlust-Bestimmung ist es üblich, die Menge des eingeführten Zuckers mit der Menge des in der Erstprodukt-Füllmasse gewonnenen Zuckers zu vergleichen, weil die nach der Gewinnung des Erstproduktes möglichen Verluste nur noch gering sind und weil, besonders unter den älteren Formen der Zuckerfabrikation, die Füllmasse I das einzige Produkt ist, dessen Menge nach kurzer Zeit bekannt ist, während die vollständige Aufarbeitung auf Zucker und Melasse viel zu lange Zeit in Anspruch nimmt, als dass man mit der

Verlustberechnung darauf warten könnte, und weil daher die Füllmasse I einen schnellen Abschluss bei den Arbeitspausen am Ende der Woche erlaubt.

Nach den älteren Fabrikationsmethoden war es ausserdem leicht, das Gewicht der Füllmasse I genau festzustellen, indem die Kästen, in welche die Füllmasse ausgefüllt wurde, sämtlich verwogen werden konnten. Nach den neueren Methoden, bei welchen die Füllmasse in Sudmaischen oder Bock'sche Maischen gelangt, ist ein Verwiegen der Füllmasse garnicht mehr möglich und es bliebe nur ihre Vermessung übrig, damit aus dem Volumen und dem spezifischen Gewichte der Füllmasse das Gewicht berechnet werden könnte. Nun ist die Vermessung der Erstprodukt-Füllmasse wegen ihrer grossen Menge sehr umständlich und zugleich sehr ungenau, meistens aber überhaupt ausgeschlossen, weil das Erstprodukt unter Zuzug von Sirup verkocht wird. Ausserdem ist es mit beträchtlichen Schwierigkeiten verknüpft, von der Füllmasse I, die selbst im Vakuum kein homogenes Gemisch vorstellt, sondern in den unteren Schichten immer wasserärmer ist als in den höheren, sodass die zuerst ausgefüllte Masse oft bis 2 % zuckerreicher ist als die später ausgefüllte, eine gute Durchschnittsprobe zu gewinnen, welche das richtige spezifische Gewicht und den richtigen Zuckergehalt angibt.

Daher bestimmt man nach dem Vorgange von Sachs die Menge des gewonnenen Zuckers aus den beiden zunächst aus der Füllmasse I gewonnenen Produkten, nämlich dem Erstprodukt-Zucker und den eingekochten Ablaufsirupen, also der Zweitprodukt-Füllmasse, und berechnet aus diesen beiden die Menge der Erstprodukt-Füllmasse; dieser Weg ist zugleich der einzig überhaupt gangbare, wenn mit Zuzug von Sirup zur Erstproduktverkochung gearbeitet wird. —

Die erste Voraussetzung für die genaue Bestimmung des gewonnenen Zuckers ist eine Arbeitspause am Schluss der Woche, infolge deren eine vollständige Aufarbeitung des Dicksaftes jeder Woche bis zu den für die Verlustbestimmung notwendigen Endprodukten, und dadurch ein genauer Wochenabschluss erst möglich wird. In Deutschland ist die Pause am Sonntag gesetzlich vorgeschrieben und man ist daher leicht in der Lage, den zuletzt gewonnenen Dicksaft und die daraus hergestellten Produkte vollkommen getrennt zu halten von den Produkten der neuen Woche; bereits an dem auf die Betriebspause folgenden Tage ist die letzte Füllmasse der vergangenen Woche in Zucker und Ablaufsirup bezw. Füllmasse II zerlegt. Aber auch in Ländern, wo derartige Pausen nicht Vorschrift sind, empfiehlt es sich doch sie innezuhalten, und wäre es nur, wie Sachs bemerkt, eben zu dem Zwecke, sich genaue Rechenschaft über die Arbeit der Fabrik geben zu können, ganz abgesehen davon, dass diese Pause auch in anderer Hinsicht eine Notwendigkeit ist.

Die Menge des Zuckers muss bei der geschilderten Methode des Abschlusses sofort so genau, wie für den Verkauf, durch Verwiegen bestimmt werden, am besten indem man sämtlichen Zucker sofort sackt und zum Versand fertig macht sodass höchstens bei Betriebspausen kleinere Mengen auf Haufen liegen bleiben. In Fabriken, wo dagegen am Schluss der Woche grosse Zuckerhaufen nach ihrem Gewicht nur abgeschätzt werden, ist eine brauchbare Verlustbestimmung überhaupt ausgeschlossen. Eine genaue Durchschnittsprobe des Zuckers ist leicht zu entnehmen und kommt zur Untersuchung, auf diese Weise erhält man 70—80 % des in der Füllmasse enthaltenen Zuckers bereits sehr genau bestimmt. Nach der Kampagne hat man durch die von vereideten Probe-

nehmern entnommenen Verkaufmuster und deren Untersuchung durch die Handelschemiker eine völlig einwandfreie Kontrolle für den Zuckergehalt des Erstproduktes und bei guter Probenahme in der Fabrik stimmen die Durchschnittsuntersuchungen der gesamten Kampagne mit dem Durchschnitt der Handelsanalysen sehr genau überein.

Die Menge der Zweitprodukt-Füllmasse kann mit genügender Genauigkeit durch Vermessen berechnet werden, weil ihre Menge gegen die der Füllmasse I bedeutend geringer ist und weil die Füllmasse II in einem verhältnismässig leichtflüssigen, gleichmässigen Zustande ausgefüllt wird, sodass eine richtige Durchschnittsprobe für die Bestimmung des spezifischen Gewichtes sowie des Zuckergehaltes leicht zu entnehmen ist; Fehler bei der Vermessung bis zu 2 %, die praktisch kaum möglich sind, machen auf das Gesamtgewicht von Füllmasse II + Zucker I nur 0,5 %, auf Rüben also höchstens 0,06 % aus; tatsächlich werden die Fehler im Durchschnitt diese Höhe nie erreichen. Hat man dann das spezifische Gewicht der Füllmasse durch Untersuchung der Durchschnittsprobe und Umrechnung auf die Ausfülltemperatur oder durch direktes Spindeln nach dem Ausfüllen festgestellt, und wird der Zuckergehalt der Durchschnittsprobe bestimmt, so hat man alle Daten für die Menge des in Füllmasse II gewonnenen Zuckers. Eine etwa vorhandene geringe Menge unverkochten Grünsirups muss natürlich durch Vermessen, Spindelung und Polarisation bestimmt und der Füllmasse II zugezählt werden. Bei gleichbleibendem Betriebe wird man für das spezifische Gewicht der Füllmasse II und des Sirups unbedenklich bestimmte Normalzahlen annehmen können, ohne Gefahr zu laufen, dadurch einen wesentlichen Fehler zu verursachen.

Der im Erstprodukt-Zucker gewonnene Zucker, vermehrt um den der Zweitprodukt-Füllmasse, gibt die zusammen gewonnene Zuckermenge mit solcher Genauigkeit an, dass nach Claassen die auf diese Weise ermittelten Ausbeuten fast ganz genau mit den beim endgiltigen Abschluss, d. h. nach Verwiegung sämtlicher Verkaufprodukte bis einschliesslich der Melasse, ermittelten Zahlen übereinstimmten, während die direkte Verwiegung der Erstprodukt-Füllmasse immer grössere Differenzen ergab.

e) Verluste bei der Nachproduktenarbeit.

Bei der eben beschriebenen Art der Bestimmung der Ausbeute ist ein Verlust, der etwa bei der Verarbeitung der Füllmasse I und durch das Verkochen des Sirups entsteht, bereits einbegriffen und unberücksichtigt wären bloss noch die Verluste, welche während des Kristallisierens der Füllmasse II und während deren Verarbeitung, ferner eventuell während des Kochens, der Kristallisation und der Verarbeitung der Füllmasse III usw. bis zur endgiltigen Gewinnung aller Zuckerprodukte und der Melasse entstehen. Die Gesamtmenge dieser Verluste ist offenbar äusserst gering, da nach den Erfahrungen von Claassen die Endausbeute von der Ausbeute in der Füllmasse I fast garnicht abweicht. Nach den Beobachtungen von Schnell *(Centralblatt 1895/96, 362; 1902/03, 148)* sind sogar die Verluste beim endgiltigen Abschluss regelmässig etwa 0,04 — 0,05 % niedriger als bis zur Füllmasse I, was darauf hinweist, dass durch das wiederholte Verkochen rechtsdrehende Stoffe entstanden sind, wenn nicht der Einfluss des (grösseren) Bleiniederschlages bei der Untersuchung der Endprodukte das bessere Ergebnis erklärt.

Als Verlustquellen bei der Aufarbeitung kämen in Betracht zunächst mechanische Verluste, durch Verspritzen von Füllmasse beim Ausfüllen und Schleudern. Diese halten sich natürlich in so geringen Grenzen, dass ein Einfluss auf die Verlustberechnung ganz ausgeschlossen ist, übrigens lässt man wohl in den wenigsten Fabriken den Zucker der Aufwischwässer verloren gehen.

Die wiederholten Verkochungen werden gleichfalls nur geringe Zuckerverluste verursachen, wenn Sirupe und Füllmassen alkalisch sind. Zwar sind die Temperaturen höher und die Kochzeit, wenn Füllmasse II auf Korn verkocht wird, von längerer Dauer als bei der Verkochung von Erstprodukt-Füllmasse, aber da die Füllmasse II ihrer Menge nach nur $^1/_4$ bis $^1/_5$ der Füllmasse I ausmacht, so können die Verluste, auf Rüben berechnet, bei der zweiten Verkochung noch nicht so hoch sein wie bei der ersten Verkochung, und bei jeder folgenden Verkochung werden sie noch geringer werden. Zahlenangaben über ihre Höhe lassen sich noch weniger machen als bei der ersten Verkochung, besonders da Untersuchungen über diesen Punkt fast garnicht vorliegen. Nur Battut macht darüber, an der bereits angeführten Stelle, die Mitteilung, dass die Verluste betrugen (offenbar handelt es sich um Blank-Kochung)

	2. Verkochung	3. Verkochung
nach Laboratoriums-Versuchen	0,041	0,024
im Betriebe ermittelt	0,048	0,029 %.

Gegen diese Werte lassen sich dieselben Einwendungen machen wie oben; da nicht mitgeteilt ist, unter welchen Bedingungen sie gewonnen wurden, so lassen sie sich nicht verallgemeinern. Sie sind vermutlich noch zu hoch, obwohl auch aus diesen Zahlen hervorgeht, dass die Verluste bei

den späteren Verkochungen viel geringer sind als bei der ersten, für welche Battut 0,28 und 0,36 % Verlust annahm.

Ein weiterer Verlust an Zucker durch Wirkung von Wärme entsteht schliesslich in der Zeit, in welcher die Nachprodukt-Füllmassen dem Kristallisations-Vorgang unterliegen, welche sehr verschieden ist, je nachdem ob blank oder auf Korn verkocht wird, und zwischen 3—4 Tagen und bis zu 6 Monaten schwankt. Im allgemeinen wird hierbei der Verlust um so grösser sein, je längere Zeit bis zur vollständigen Aufarbeitung des Ablaufsirupes auf Nachproduktzucker und Melasse verläuft, also in der Regel um so grösser, je mehr verschiedene Füllmassen-Produkte erzeugt werden. Allerdings wird bei den Kornverkochverfahren, die nur ein zweites Produkt erzeugen, der geringere Zuckerverlust durch kürzere Kristallisationsdauer zum Teil ausgeglichen werden durch höhere Verluste während der längeren Kochdauer. Einige Zahlenangaben über die Zuckerzerstörung während der Nachproduktarbeit verdanken wir Claassen (*Vereinszeitschr. 1902, 104*), der sie für die alte Arbeit mit Blankkochen und für die neuere Korn-Verkocharbeit in der Weise feststellte, dass entweder die durch Messen festgestellte Menge Füllmasse II mit der Menge des Zuckers der Endprodukte verglichen wurde oder dass aus dem Alkalitätsrückgang vom Ablaufsirup bis zur Melasse auf den Zuckerverlust geschlossen wurde. Im ersteren Falle waren also die durch das Kochen in der Füllmasse II entstandenen Zuckerverluste nicht mit einbegriffen, wohl aber im letzteren Falle. Beim Blankkochen wurden die Endprodukte aus einer 2. und 3. Füllmasse binnen 2—3 Monaten erhalten, bei der Kornkocharbeit aus der Füllmasse II in 4 bis 5 Tagen. Die wichtigsten Ergebnisse sind in folgender Tabelle zusammengestellt.

Tabelle 28.

Zuckerverluste bei der Nachproduktenarbeit.

		Blankkochen			Verkochen auf Korn	
		1896/97	1897/98	1898/99	1900/01	1901/02
Zuckerverluste während der Nachprodukt-Arbeit, in Prozenten der Füllmasse II	Direkt bestimmt	1,1 %	0,9 %	0,9 %	1,3 %	1,3 %
	nach dem Alkalitätsrückgang berechnet	0,25 %	0,23 %	0,38 %	0,18 %	0,17 %

Die direkt bestimmten Verluste erscheinen dabei höher, und zwar kann man sie mit Sicherheit als zu hoch annehmen, weil das Vermessen des Sirups unvermeidlich mit Fehlerquellen verknüpft ist, welche die Menge der Füllmasse bis um 1 % zu hoch erscheinen lassen, was zwar für die Berechnung des Zuckerverlustes auf Rüben nichts ausmacht, bei der Beziehung auf die Füllmasse selbst aber sehr schwer wiegt. Aus den Verlustzahlen, welche aus dem Alkalitätsrückgange vom Ablaufsirup bis zur Melasse berechnet sind unter der Annahme, dass 1 Teil Alkalität 4 Teilen zerstörten Zuckers entspricht, geht dann hervor, dass die Zuckerverluste beim Verkochen der Sirupe auf Korn, wenn dies nicht länger als einen Tag dauert, etwas geringer sind, als bei der alten Kasten-Arbeit. Diese Verluste sind aber auf jeden Fall sehr gering und betragen, wenn man 3,5 % Füllmasse II auf 100 kg Rüben rechnet, nur 0,008—0,013 % für Kastenarbeit und etwa 0,006 % für Verkochung auf Korn.

Nach allem ist man berechtigt, den Verlust während der Nachproduktarbeit sehr gering, auf etwa 0,01 %, keinenfalls aber auf höher als 0,05 % einzusetzen, während z. B. die Annahme Pellet's, dass diese Verluste 0,15 % betragen, keinerlei Begründung findet.

4. Schlussfolgerungen.

Aus den früher mitgeteilten Zahlen über Gesamtverluste folgt, dass im allgemeinen bei sorgfältiger Kontrolle der Fabrikation unbestimmbare Gesamtverluste von etwa 0,50 bis 0,80 % beobachtet werden, von denen etwa 0,10—0,30 % auf die Diffusion entfallen, sodass für die Verarbeitung des Diffusionssaftes bis zur Füllmasse immer noch ein unbestimmbarer Verlust von etwa 0,40—0,60 % übrig bleibt. Einen unbestimmbaren Verlust in gleicher Höhe vom Diffusionssaft ab ergab auch die langjährige genaue Kontrolle einer grossen Anzahl belgischer Fabriken nach Sachs. Wie ist dieser Verlust, der normal mit etwa 0,50 % angenommen werden kann, zu erklären?

Annähernd kann allerdings ein solcher Verlust Erklärung finden, wenn zufällig in einer Fabrik die Verhältnisse beim Anwärmen des Diffusionssaftes, des Dünn- und Dicksaftes, beim Verdampfen, Verkochen und der Nachproduktarbeit sehr ungünstig liegen. Folgende Verluste wären dann möglich, ohne nachweisbar zu sein:

durch Zersetzung des Diffusionssaftes beim Anwärmen	0,10 %
beim Anwärmen und Verdampfen des Dünnsaftes, sowie beim Anwärmen des Dicksaftes	0,10 %
beim Verkochen	0,05 %
bei der Nachprodukt-Arbeit	0,05 %
durch Anhäufung mechanischer Verluste	0,05 %
zusammen	0,35 %.

Diesem aussergewöhnlichen Fall ständen bei günstigen Betriebsverhältnissen folgende Verluste gegenüber:

beim Anwärmen und Verdampfen des Dünnsaftes und beim Anwärmen des Dicksaftes . . . . . 0,05 %

beim Verkochen und der Nachproduktarbeit . . . . . 0,05 %

zusammen 0,10 %.

Auf jeden Fall bleibt ein unnachweisbarer Rest von 0,15 bis 0,40 %, der nicht einmal annähernd erklärt werden kann, sodass nur Vermutungen über den Verbleib des Zuckers oder der Polarisationsgrade möglich sind.

Verluste an wirklichem Zucker bei der Saftverarbeitung sind, abgesehen von den nachweisbaren und den mechanischen Verlusten und von der Zuckerzerstörung beim Verdampfen und dem wiederholten Verkochen, die normaler Weise 0,10 % kaum übersteigt, nur noch möglich durch Zersetzung des Diffusionssaftes. Diese kann aber, wie schon näher ausgeführt wurde, unter normalen Verhältnissen nur gering sein, und nicht einmal 0,15 % erreichen, Verluste von 0,40 % also erst recht nicht erklären.

Scheinbare Verluste, also Verluste durch unrichtige Mengenbestimmung und falsche Probenahme, sowie durch Analysenfehler, sind zwischen Diffusionssaft und den Endprodukten viel weniger möglich als zwischen frischen Schnitzeln und Diffusionssaft. Die Menge des im Diffusionssaft eingeführten Zuckers und die Menge des gewonnenen Zuckers unterliegen vielleicht Fehlern von 0,10 %, aber selbst wenn diese sich addieren, während sie sich tatsächlich in dem durchschnittlichen Ergebnis ausgleichen werden, sind damit regelmässige unbestimmbare Verluste von 0,50 % nicht erklärt.

Es bleibt dann nur möglich, Polarisationsverluste anzunehmen. Wenn solche vorliegen, so entstehen sie, wie man

mit ziemlicher Sicherheit vermuten kann, nicht durch die Wirkung der Wärme. Darauf deuten wenigstens die vielfachen Beobachtungen, dass Betriebsdünnsäfte nach der Konzentration eine höhere Reinheit zeigen und dass die Dicksäfte beim Verkochen keinen Rückgang der Reinheit zeigen. Ebensowenig entstehen Polarisationsverluste, die höher als 0,10 bis 0,20 % wären, durch die Einwirkung des Kalkes. Andrerseits hat allerdings die Anschauung, dass die unbestimmbaren Verluste zum überwiegenden Teile Polarisationsverluste sind, eine starke Stütze in der Tatsache, dass die unbestimmbaren Verluste nur zum geringen Teile durch den Diffusionsvorgang, zum grösseren Teil aber im Verlauf der Verarbeitung des Saftes entstehen. Denn in der Diffusion sind vom Standpunkte der rein theoretischen Erwägung aus die Bedingungen für die Entstehung von Polarisationsveränderungen nicht gerade günstig und man darf annehmen, dass der bei der Untersuchung der Schnitzel erzeugte Digestionssaft die drehenden Nichtzuckerstoffe im etwa gleichen Verhältnis aufnimmt wie der Diffusionssaft und dass ihr Verhalten unter dem Einfluss von Bleiessig in beiden Flüssigkeiten gleich ist. Dafür sprechen die erwähnten Versuche, bei welchen Schnitzel, welche nach Art des Steffen'schen Brühverfahrens oder der heissen Diffusion digeriert wurden, denselben Zuckergehalt zeigten wie bei der Untersuchung mittels der heissen wässrigen Digestion. Dagegen sind als Folge der gemeinsamen Einwirkung von Kalk und hohen Wärmegraden Polarisationsveränderungen der Nichtzuckerstoffe an und für sich viel leichter denkbar. Auf jeden Fall genügen aber die bisher vorliegenden Untersuchungen über diesen Punkt in keiner Weise, die Polarisationsverluste als die Ursachen grösserer unbestimmbarer Verluste hinzustellen.

Man hat nun theoretische Erwägungen angestellt, indem man aus dem Verhalten der Nichtzuckerstoffe unter den Bedingungen der Fabrikation und aus den Zersetzungen, die sie dabei erleiden, Folgerungen hat ziehen wollen, ob daraus auf eine Abnahme oder Zunahme der Polarisation zu schliessen wäre. Aber die Kenntnis, die wir über Beschaffenheit und Menge der den Zucker begleitenden Nichtzuckerstoffe, sowie über deren Verhalten und über ihre Zersetzungsprodukte haben, sind noch viel zu gering, um irgend ein sicheres Ergebnis zuzulassen, übrigens sind auch allgemeinere Folgerungen dieser Art kaum möglich, weil Menge und Beschaffenheit der Nichtzuckerstoffe der Rübensäfte nach Gegend, Witterung und Fabrikationsverhältnissen durchaus verschieden sein müssen und auch in derselben Fabrik fortwährend wechseln. Zum Teil werden im Verlaufe der Fabrikation linksdrehende Stoffe, wie Invertzucker, durch Kalk zerstört oder, wie Äpfelsäure, durch Kalk gefällt, zum Teil entstehen stärker rechtsdrehende Substanzen, wie Dextran und Saccharin durch Zersetzung des Zuckers, oder wie Asparaginsäure aus Asparagin; in diesen Fällen wären also Polarisationsgewinne zu verzeichnen. Andrerseits geben die Pektinsubstanzen durch Kalk in der Wärme linksdrehende Arabinsäure, es entsteht dann also ein Polarisationsverlust. Beachtung verdient in dieser Hinsicht auch die Beobachtung Gonnermann's *(D. Z. 1905, 189)*, dass die den Zucker begleitenden anorganischen Bestandteile den Drehungswert des Zuckers in sehr starkem Masse vermindern. Wie sich aber die Summe dieser Einflüsse geltend machen wird, lässt sich bisher nicht beurteilen. An dieser Stelle steht noch ein weites Feld für die wissenschaftliche Tätigkeit offen, ehe Antwort auf diese wichtigen Fragen gegeben werden kann. Es wird nötig

sein, die Natur und das Verhalten der Nichtzuckerstoffe noch näher festzustellen, ferner aber auch durch praktische Versuche das Verhalten der Betriebssäfte, die Veränderung ihres Zuckergehaltes und ihrer Polarisation in den verschiedenen Stadien des Betriebes noch eingehender zu verfolgen.

Die Frage nach der Erklärung der unbestimmbaren Verluste von Diffusionssaft bis Füllmasse bleibt also bisher fast ganz unbeantwortet und ungelöst. Die Vermutung liegt allein nahe, dass sich viele kleine Verluste und unvermeidliche Fehler in der Untersuchung, Probenahme und bei den Untersuchungsmethoden zu einem sehr merkbaren grossen Verlust addieren. Vielleicht sind auch die Verluste an Zucker im rohen Diffusionssaft durch Tätigkeit der Bakterien oder durch Inversion bei der Anwärmung nicht immer so unbedeutend, vielfach werden beim Anwärmen, Verdampfen und Verkochen die Zuckerverluste die normale Grenze übersteigen, endlich können die Polarisationsverluste bei der Scheidung im grossen Betriebe doch vielleicht immer eine gewisse Höhe, bis zu 0,20 % erreichen, sodass auf diese Weise in Summa ein Verlust bis zu 0,50 % zusammenkommt.

Während also nach dem früher Ausgeführten eine Erklärung für unbestimmbare Diffusionsverluste in durchschnittlicher Höhe von 0,25 % naheliegt, können von den unbestimmbaren Verlusten nach der Diffusion, die durchschnittlich 0,50 % betragen, nur der geringste Teil (0,10 bis 0,15 %) eine einigermassen bestimmte Erklärung finden. Für einen Rest von 0,30—0,40 % des gesamten unbestimmbaren Verlustes von der Rübe bis zu den Endprodukten ist man auf Vermutungen angewiesen und muss alles von weiterer wissenschaftlicher Durchforschung der in Betracht kommenden Gebiete erwartet werden.

II. Spezieller Teil.

Praktische Verlustbestimmung und Betriebskontrolle.

II. Spezieller Teil.

Zu einer vollständigen Verlustbestimmung gehören nach den im I. Teile entwickelten Grundsätzen folgende Feststellungen:

1. Gewicht und Zuckergehalt der Schnitzel,
2. Menge und Zuckergehalt der ausgelaugten Schnitzel oder Presslinge, sowie des Press- und Ablaufwassers,
3. Menge und Zuckergehalt des Diffusionssaftes,
4. Gewicht und Zuckergehalt des Schlammes der verschiedenen Saturationen, eventuell auch Feststellung der Zuckerverluste bei der mechanischen Filtration des Dünn- und Dicksaftes,
5. Menge und Zuckergehalt des Fallwassers,
6. Gewicht und Zuckergehalt des Erstproduktszuckers und der Füllmasse II.

Für die Betriebskontrolle ist ferner noch nötig:

1. Vergleich der Alkalitäten sämtlicher Säfte, Füllmassen und Abläufe,
2. Vergleich der Reinheiten der Diffusionssäfte, Dünn- und Dicksäfte und Abläufe,
3. Vollständige Untersuchungen des Dicksaftes, der Füllmassen, Zuckerprodukte und Melasse,

4. Kontrolle der Konzentrations- und Sättigungsverhältnisse beim Verdampfen, Verkochen und bei der Kristallisation.

Regelmässige Hilfsuntersuchungen für die Beurteilung des Betriebes sind endlich:

1. Kontrolle des Kalkofens und des erzeugten Saturationsgases,
2. Kontrolle der Dampferzeugung nach Kohlen- und Wasser-Verbrauch, sowie durch Untersuchung der Rauchgase.

Die folgenden Kapitel haben die Aufgabe, die Durchführung dieser Untersuchungen, wie sie sich in dem praktischen Betriebe am vorteilhaftesten gestaltet, zu beschreiben. Die Einteilung des Stoffes soll sich dabei dem Gange des Betriebes anschliessen, die oben angedeutete Unterscheidung zwischen Verlustbestimmung und Betriebskontrolle muss dann natürlich ausser Betracht bleiben. Auf die Hilfsuntersuchungen, ebenso auf die vielfach notwendigen Untersuchungen von Hilfsstoffen soll mit Ausnahme der Untersuchung des Saturationsgases nicht eingegangen werden, da diese Gebiete der eigentlichen Aufgabe des vorliegenden Werkes zu fern liegen und ausserdem in der Fach-Literatur bereits vorzügliche und den Bedürfnissen der Praxis eingehend entsprechende Anleitungen hierfür vorliegen.

Die Darstellung der Betriebsuntersuchungen setzt im allgemeinen die Kenntnis der analytisch-chemischen Arbeitsweisen voraus, es wurden dabei hauptsächlich nur die Punkte hervorgehoben, auf die es für die Ausführung ankommt und die doch nicht immer sämtlich als bekannt gelten können. Die vollständige Darstellung aller in den Laboratorien der

Zuckerfabriken üblichen Untersuchungsmethoden wurde nicht angestrebt, sondern nur diejenigen Methoden beschrieben, welche für die oben festgestellten Aufgaben des Betriebslaboratoriums notwendig sind, und aus diesen die nach der Ansicht des Verfassers zweckmässigsten ausgewählt. Mit besonderer Ausführlichkeit wurden dagegen die Methoden der Mengenbestimmung und Probenahme behandelt, welche in den meist gebrauchten Leitfäden fast ganz vernachlässigt werden. Tabellen, deren Vorhandensein in jedem Zuckerfabrik-Laboratorium vorausgesetzt werden muss, wurden nicht zum Abdruck gebracht.

A. Allgemeine Vorschriften.

Wenn man Ausbeute- oder Verlustbestimmungen vornehmen will, so gehört dazu, dass man sowohl die Menge der Ausgangstoffe und Enderzeugnisse kennt als auch deren Gehalt an dem Stoffe, auf den sich die Fabrikation erstreckt, also in diesem Falle den Gehalt an Zucker. Die Arbeit teilt sich also in Mengenbestimmungen und analytische Bestimmungen. Letztere wiederum haben nur dann Wert und ergeben nur dann richtige Zahlen für die Ausbeute- und Verlustberechnung, wenn die untersuchten Proben in zweckentsprechender Weise entnommen, aufbewahrt, vorbereitet und untersucht waren. Ein Leitfaden für die Verlustbestimmung kann sich also nicht wie ein analytischer Leitfaden auf die blosse Beschreibung der analytischen Methoden beschränken, sondern muss Bestimmung der Menge, Probenahme, Behandlung der Proben und endlich deren analytische Untersuchung als vollständig gleichwertige Faktoren behandeln. Von der richtigen Feststellung jedes einzelnen dieser Faktoren hängt die Genauigkeit und der Wert der gesamten Verlustberechnung in gleicher Weise ab.

Der richtigen Mengenbestimmung und geeigneten analytischen Untersuchung hat man von jeher in der Zuckerindustrie die gebührende Aufmerksamkeit geschenkt. Dagegen wird wohl vielfach der Wert richtiger Probenahme und auch entsprechender Behandlung (Aufbewahrung und Vorbereitung) der Proben nicht genügend beachtet. Diesem Faktor soll

daher in dem vorliegenden Werke eine besonders ausführliche Behandlung gewidmet werden, um seiner Unterschätzung und Vernachlässigung vorzubeugen.

Häufigkeit der Probenahme.

Ehe in die Beschreibung der eigentlichen Verlust- und Betriebskontrolle eingetreten wird, seien daher einige allgemein giltige Angaben über Entnahme und Behandlung der Proben gemacht.

Zuerst ist die Frage aufzuwerfen: wie häufig sollen Proben entnommen werden? Die Antwort wird hierauf sehr verschieden sein können, je nachdem im einzelnen die Verhältnisse der Fabrik liegen; man wird auf die Grösse der Fabrik, die Spezialitäten ihrer Arbeitsweise, nicht zuletzt auch auf die Zahl der analytischen Kräfte, also der Chemiker, Rücksicht nehmen müssen. Aber als allgemeinen Grundsatz kann man doch festhalten, dass die Entnahme der Proben so häufig wie möglich und in regelmässigen Zwischenräumen stattfinden soll; denn je häufiger die Proben genommen werden, um so näher wird das Ergebnis ihrer Untersuchung der Wahrheit kommen. Die Häufigkeit der Probenahme erleidet nur eine Beschränkung, nämlich wie schon angedeutet, durch die Arbeitsfähigkeit der zur Kontrolle der Probenahme und zur Untersuchung der Proben vorhandenen Arbeitskräfte. Um diese nicht übermässig zu beanspruchen, wird man daher die häufigen Einzelproben zu Gesamtproben oder Durchschnittsproben vereinigen und diese von Zeit zu Zeit untersuchen. Die Zeitdauer für die Ansammlung einer solchen Durchschnittsprobe ist abhängig von der Zeit, welche die betreffende Probe mit Sicherheit ohne Zersetzung aufbewahrt werden kann, andererseits natürlich von dem Zweck der

Betriebskontrolle; z. B. läge die Möglichkeit vor, die Ablaufwässer der Diffusion 12 Stunden unzersetzt aufzubewahren, brauchte man sie also nur alle 12 Stunden zu untersuchen, da jedoch diese Untersuchung Auskunft geben soll über die Erfolge der Diffusionsarbeit, so wird man sie natürlich in viel häufigeren Zwischenräumen vornehmen.

Einzel- und Durchschnittsproben.

Von verschiedenen Seiten hat man überhaupt die Zweckmässigkeit von Durchschnittsproben bestritten. So verficht Gröger *(Oestr. Zeitschr. 1903, 44)* die Ansicht, dass der Betriebskontrolle vielmehr gedient sei durch einzelne Stichproben als durch regelmässige Durchschnittsproben, weil der Betrieb die Kenntnis der Maxima und Minima verlange und nur eine möglichst geringe Differenz zwischen diesen das Kriterium für eine gute Arbeit sein könne. So könne es bei der Kontrolle der Diffusion vorkommen, dass innerhalb der Zeit, in welcher die Durchschnittsprobe entnommen wird, also z. B. innerhalb 4 Stunden, der Zuckergehalt der ausgelaugten Schnitzel (oder des Press- oder des Ablaufwassers) zu Anfang vielleicht aussergewöhnlich hoch, später aber ungewöhnlich niedrig sei, sodass sich die Gegensätze ausglichen und die Durchschnittsprobe ein normales Untersuchungsergebnis zeige, obwohl die Arbeit sehr ungleichmässig, also sehr schlecht gewesen sei. Dagegen würde durch Stichproben dieser Umstand jederzeit sofort erkannt und beseitigt werden können. Demgegenüber weist Claassen *(Centralblatt 1902/03, 681)* darauf hin, dass eben eine nur vorübergehende schlechte Auslaugung keinen Einfluss auf die durchschnittliche Leistung der Diffusion hat, dass dagegen eine länger dauernde schlechte Leistung der Diffusion durch

die Durchschnittsprobe mit der gleichen Sicherheit erkannt wird. Ausserdem hat aber die Betriebskontrolle doch nicht den alleinigen Zweck, Unregelmässigkeiten im Betriebe aufzudecken, sondern sie soll ausserdem noch für die zahlenmässige Verlust- und Ausbeutebestimmung dienen. Und für diese können natürlich (einzelne Ausnahmen abgerechnet) nur Durchschnittsproben massgebend sein. Daneben sind aber Einzelproben sehr nützlich und notwendig, um den Betrieb auf Regelmässigkeit zu kontrollieren, wenngleich auch Durchschnittsproben z. T. schon diesen Zweck mit erfüllen. Es kann also nicht die Wahl sein zwischen Durchschnittsprobe oder Einzelproben, sondern beide Arten der Probenahme haben, jede an ihrem Ort, ihre Berechtigung. Für die Betriebskontrolle allein sind Einzelproben gut (so sind z. B. für die Kontrolle der Alkalität der Säfte Stichproben vorzuziehen), genügen aber doch nicht vollständig, weil sie über den Zustand des Betriebes in der Zeit, innerhalb welcher keine Proben entnommen wurden, nichts aussagen können. Für die Verlustbestimmung aber sind jedenfalls Durchschnittsproben unentbehrlich, dagegen kann auf Einzelproben, die naturgemäss nur in verhältnismässig grossen Zwischenräumen untersucht werden können, eine sichere Verlustberechnung nicht aufgebaut werden. Leider geschieht dies dennoch häufig genug, und man kann sich dann über die eigenartigen Ausbeute-Ergebnisse, denen man immer noch in der Literatur begegnet, nicht wundern.

Konservierung und Aufbewahrung der Proben.

Die für die Verlustbestimmung entnommenen Proben unterliegen fast alle der Zersetzbarkeit, da Zucker, besonders in verdünnten Lösungen, ein günstiges Feld für die Entwicklung

von Mikroorganismen bietet. Es müssen daher ganz allgemein strenge Vorsichtsmassregeln getroffen werden, um eine Zersetzung der Proben zu verhüten, da sonst die ganze Verlustbestimmung wertlos werden würde. Inwieweit im einzelnen bei gewissen Proben konservierende (antiseptische, die Entwicklung der Bakterien störende) Mittel angewendet werden sollen, darauf wird an den betreffenden Stellen zurückzukommen sein, im allgemeinen darf man sich aber — nach Versuchen des Verfassers an dem besonders leicht zersetzlichen Diffusionssaft *(Centralblatt 1903/04, 701)* — auf die Wirkung dieser Mittel wenig verlassen, sondern tut besser, von Anfang an die Entwicklung der Mikroorganismen möglichst auszuschliessen. Das beste vorbeugende Mittel ist peinlichste Sauberkeit bei der Entnahme der Probe sowohl als auch bei ihrer Aufbewahrung; wenn verhütet wird, dass sich in den benutzten Gefässen etc. Kolonien von Mikroorganismen festsetzen, so lassen sich in gewissen, später genau festzulegenden Grenzen, Zersetzungen der Proben durch Mikroorganismen völlig verhüten. Da ferner die günstigste Temperatur für die Entwicklung der hauptsächlichsten in Betracht kommenden Organismen bei etwas höheren Temperaturen, etwa zwischen 30 — 40 ° liegt, so ist es weiter für die Erhaltung der Proben von Vorteil, wenn die Aufbewahrung an möglichst kühlen Orten geschieht.

Ferner müssen die Proben ganz allgemein vor Verdunstung von Wasser geschützt werden, da sonst ihr Zuckergehalt entsprechend zu hoch erscheinen würde, sie müssen also in geschlossenen Gefässen aufbewahrt werden. Dies gewährt gleichzeitig einen weiteren Schutz gegen Zersetzung, da so Neu-Infektion durch in der Luft schwebende Keime von Mikroorganismen verhindert wird.

Kontrolle der Probenahme.

Als Hauptgrundsatz für die Probenahme muss gelten, dass eine anscheinend noch so sachgemäss entnommene und behandelte Probe keinen Wert hat, wenn der Chemiker sich nicht selbst von der Richtigkeit der Probe hat überzeugen können. Die Kontrolle auf richtige Probenahme ist daher eine mindestens ebenso wichtige Obliegenheit des Chemikers wie die Untersuchung der Proben im Laboratorium. Jedem Praktiker ist genügend bekannt, dass die Arbeiter irgend einer Station meist recht gut wissen, wenn etwas an dieser nicht in Ordnung ist, und dann bestrebt sind, dies zu verdecken, indem sie die Probenahme zu ihren Gunsten zu beeinflussen suchen. Gerade an den Stationen, auf welchen die hauptsächlichsten Verluste eintreten, nämlich an der Diffusion und den Schlammpressen, kann man häufig genug diese Beobachtung machen. Neben böswillig falscher Probenahme spielt dann auch die allgemein menschliche Nachlässigkeit eine grosse Rolle. Schärfste Kontrolle der Probenahme ist daher eine der Hauptbedingungen für eine richtige Verlustbestimmung. Nur durch strenge Kontrolle und unausgesetzte Erziehung der betreffenden Arbeiter zu regelmässiger Entnahme der Probe erhält der Chemiker richtige, massgebende Proben. Am Vorteilhaftesten ist es natürlich, wenn man die Probenahme ganz unabhängig vom Arbeiter gestalten kann, durch mechanische oder automatische Probenahme, die womöglich vor unbefugten Eingriffen der Arbeiter geschützt ist. Eine solche Probenahme ist aber nach Lage der Dinge nicht an allen Stationen möglich. In den Fällen, wo eine Probenahme durch Arbeiter stattfinden muss, sollte es sich der Chemiker, wie erwähnt, eigentlich zur Regel machen,

nur solche Proben zu untersuchen, von deren richtiger Entnahme er sich selbst hat überzeugen können. Da aber der Chemiker nicht immer im Betriebe sein kann, auch seine Tätigkeit im Laboratorium verrichten muss, ausserdem auch noch oft mit der Überwachung des gesamten Betriebes beschäftigt ist, so lässt sich dieser Grundsatz nicht immer durchführen. Es müssen daher sämtliche Aufsichtsorgane der Fabrik, vom Betriebsleiter bis zum Siedemeister und den Vorarbeitern bemüht sein, nicht nur den Betrieb, sondern auch die Probenahme zu kontrollieren, und sich der Einsicht nicht verschliessen, dass eine richtige Verlustbestimmung, die eben von richtiger Entnahme aller Proben abhängt, von der grössten Bedeutung für die rationelle Leitung der Fabrik ist. Der Idealzustand würde es sein, wenn sich ein besonderer, zuverlässiger Beamter der Fabrik nur mit der Kontrolle der richtigen Probenahme beschäftigen könnte, und es unterliegt keinem Zweifel, dass daraus soviel Vorteile für den Betrieb erwachsen könnten, dass sich die Kosten dieser Einrichtung lohnen würden. Aber auch ohne sie kann man eine befriedigende Kontrolle erreichen, wenn sich sämtliche Beamten der Fabrik in die angedeutete Tätigkeit teilen und jeder auf seinem engeren Gebiete die Kontrolle der Probenahme betreibt.

Proben, deren Entnahme nicht kontrolliert wird, haben natürlich gar keinen Wert. Unter diesem Gesichtspunkte ist besonders die Kontrolle jener kleineren Fabriken zu betrachten, welche glauben, für die Nachtschicht auf chemische Kontrolle verzichten zu dürfen. Zuweilen werden in diesen Fällen Proben der hauptsächlichsten Stoffe, also z. B. der frischen und der ausgelaugten Schnitzel, angesammelt und am nächsten Morgen untersucht. Wenn die betreffende Fabrik aber nicht

über einen besonders zuverlässigen Schichtmeister oder Nachtaufseher verfügt, so kann man sicher sein, dass die betreffende Probe keine Durchschnittsprobe und vollkommen falsch ist. In solchen Fällen täte man besser, auf jede Probenahme während der Nacht zu verzichten und sich die für die Verlustberechnung erforderlichen Daten auf anderem Wege zu verschaffen, also z. B. den Zuckergehalt der frischen Schnitzel gleich dem am Tage zuvor anzusetzen und von den ausgelaugten Schnitzeln eine Durchschnittsprobe von dem Schnitzelboden oder den beladenen Waggons zu entnehmen. Es braucht aber wohl nicht besonders betont zu werden, dass dieser Verzicht auf jede Betriebskontrolle während der Nacht für die Fabrik auf keinen Fall von Vorteil ist und ihr wahrscheinlich mehr Kosten verursacht als die Anstellung eines zweiten Chemikers.

Die richtige Probenahme, das sei nochmals hervorgehoben, ist das Fundament, auf der sich die ganze Verlustbestimmung aufbaut. Die sachgemässe und wissenschaftlich noch so genaue Arbeit des Chemikers im Laboratorium hat keinerlei Wert und ist Zeitverschwendung, wenn sie auf falsche Proben verwendet wird. Die Tätigkeit des Chemikers, dem die Betriebskontrolle unterliegt, muss sich daher gleichmässig auf Fabrik und Laboratorium verteilen. Es geht daraus hervor, dass es vollkommen falsch ist, die Tätigkeit des Chemikers mit soviel Untersuchungen zu belasten, dass er kaum Zeit hat, das Laboratorium zu verlassen, da eine geringe Anzahl Untersuchungen von Proben, deren Probenahme überwacht werden kann, mehr Wert hat als eine viel grössere Menge Untersuchungen von Proben, die unkontrolliert entnommen werden.

B. Diffusion.

1. Eingeführter Zucker.

a) Gewichtbestimmung der Rüben.

Für eine genaue Verlustbestimmung ist, wie oben ausgeführt, nur die direkte Verwiegung mit gewöhnlichen Dezimalwaagen oder automatischen Waagen angebracht. Diese Verwiegung bedarf in jedem von beiden Fällen der Kontrolle gegen böswillige oder fahrlässige Beeinflussungen. Man verbindet die Waagen oder ihre Umstellvorrichtungen mit einem selbsttätig wirkenden Zähler, welcher ebenso wie sein Anregehebel unter Verschluss steht und dann genau die Zahl der stattgehabten Verwiegungen angibt. Speziell bei der Chronos-Waage ergibt die Zahl der Verwiegungen eine genaue Kontrolle für das richtige Funktionieren des Anschreibe-Mechanismus, indem der Quotient aus Gesamtverarbeitung der Schicht durch Zahl der Verwiegungen, also das durchschnittliche Gewicht einer Verwiegung, eine fast gleichbleibende Zahl bleiben muss. Beträgt also das durchschnittliche Gewicht einer Verwiegung 410 kg, und stellt man in einer Schicht ein durchschnittliches Gewicht von nur 405 kg fest, so ist entweder an der Waage etwas nicht in Ordnung oder es hat ein Eingriff in diese stattgefunden. Da es tatsächlich möglich ist und vorkommt, dass die Waagschale dieser (und wohl auch anderer) automatischer Waagen vorzeitig zum Umschlagen gebracht wird, um das verarbeitete Rübengewicht höher erscheinen zu lassen, so empfiehlt es

sich, den Zugang zu der Waage in geeigneter Weise für unberufene Personen zu verschliessen.

Damit die Waagen das richtige Gewicht anzeigen, muss die Feuchtigkeit, die der Waagschale regelmässig anhaftet, durch entsprechende Erhöhung der Tara in Rücksicht gezogen werden, weil man sonst tatsächlich weniger Rüben in den Betrieb einführt, als die Abwiegung anzeigt. Man muss also die Waagschale in nassem Zustand austarieren und dann erst das Gewicht für die Füllung hinzugeben. Man muss dann natürlich darauf achten, dass die Waagschale immer rein bleibt und dass sich nicht wesentliche Mengen von Schmutz oder Blättern in ihr ansammeln. Umgekehrt ist aber auch die Waagschale der Abnutzung unterworfen und ändert ihr Gewicht. Aus diesem Grunde muss sie in nicht zu langen Zwischenräumen neu austariert werden. Automatische Waagen müssen von Zeit zu Zeit durch Nachwiegen einer Füllung mittels einer geeichten Dezimalwaage kontrolliert werden.

b) Probenahme, Aufbewahrung und Vorbereitung der frischen Schnitzel oder der Rüben.

Zur Bestimmung des mittleren Zuckergehaltes der eingeführten Rüben kann man, wie erwähnt, die Probe entweder als Schnitzel oder als unzerkleinerte Rüben entnehmen; beide Arten der Probenahme ergeben bei sorgfältiger Ausführung gleiche Resultate.

Als einfachste und bequemste Probenahme empfiehlt sich die an den Schnitzeln. In bestimmten Zwischenräumen, also vielleicht von je 5 zu 5 Minuten, und auf jeden Fall so oft, dass auf jeden gefüllten Diffuseur mindestens 2—3 Proben entfallen, entnimmt man eine Handvoll der frischen Schnitzel vom Transporteur oder aus dem Einfülltrichter (Einfüllrinne)

und tut sie in ein gut verschliessbares Gefäss von entsprechender Grösse, z. B. in einen mit einem Deckel versehenen Schützenbach'schen Kasten. Für den Fall, dass die Probe direkt beim Füllen der Gefässe entnommen werden muss, hat man empfohlen, das Sammelgefäss leicht transportabel zu machen, zum Beispiel, indem es mit Rädern auf einem kleinen Geleise läuft, damit es seinen Platz immer direkt neben dem zu füllenden Diffuseur finden kann und dem Arbeiter die Probenahme dadurch erleichtert wird. Die Schnitzel dürfen nicht nur von der Oberfläche des Verteilungsgurtes etc. entnommen werden, sondern müssen mit kräftigem Griff mitten aus der gesamten Masse herausgeholt werden, damit lange und kurze Schnitzelstücke, deren mittlerer Zuckergehalt sehr verschieden ist, im richtigen Verhältnis erfasst werden. Pellet empfiehlt sogar, die Proben mit einem geeigneten Metallgefäss zu nehmen, weil die Hand unwillkürlich die längsten, zuckerreichsten Schnitzel ergreift. Auf die häufige, regelmässige Entnahme der Proben ist hoher Wert zu legen, und sehr vorteilhaft würde es daher sein, wenn man mechanische Probenahmevorrichtungen benutzen könnte. Jedoch hat sich bisher keine Konstruktion eingeführt. Eine automatische Probenahme, etwa durch einen Schlitz in der Führungsrinne eines Rechentransporteurs oder auf analoge Weise, würde sogar falsche, nämlich zu niedrige Resultate ergeben, weil sich dann in der Probe unverhältnismässig viel Mus, Fasern und Schmutz sammeln würden; eine geeignete mechanische Probenahme müsste vielmehr derart konstruiert werden, dass der Prozess der Probenahme durch die menschliche Hand nachgeahmt würde.

Eine diesen Anforderungen entsprechende Konstruktion liegt von E. R. Turck vor und wird in der in Fig. 3 u. 4

Fig. 3.

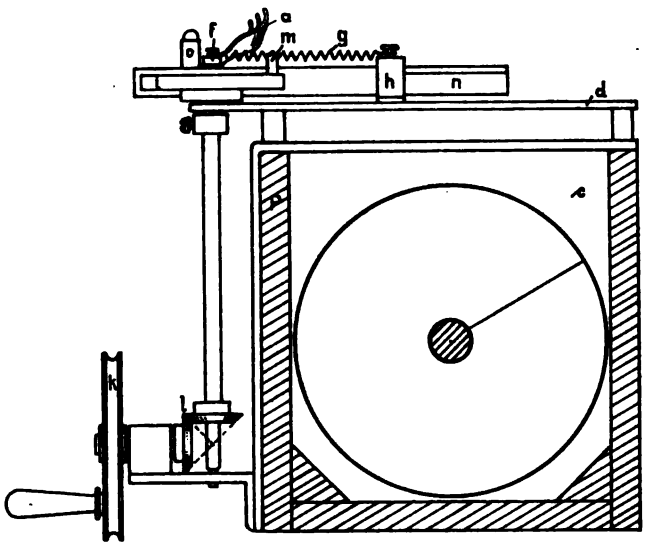
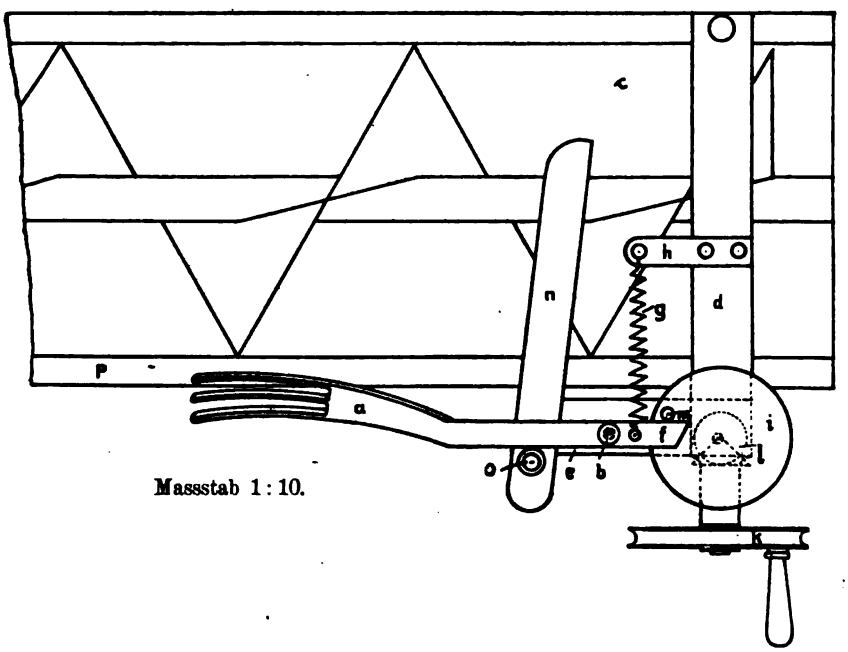


Fig. 4.



Massstab 1 : 10.

im Querschnitt und in Oberansicht dargestellten Weise an der Transportrinne *c* unterhalb der Einfallstelle der Schnitzel angebracht. Die Einrichtung besteht im wesentlichen aus einer Gabel *a* oder einem ähnlichen Greifinstrument, welches als Doppelhebel um einen Zapfen *b* drehbar ist, der auf der rechtwinklig abgebogenen Verlängerung *e* des über der Transportrinne angeordneten Steges *d* festsitzt. Der Griffarm *f* der Gabel ist durch eine Spiralfeder *g* mit einem Bügel *h* verbunden, der von dem Stege *d* vorspringt. Diese Feder *g* hält die Gabel in der Ruhelage, seitlich der Transportrinne entlang zeigend. Unter dem Griffarm der Gabel liegt die Scheibe *i*, welche durch Schnurscheibe *k* und konisches Rädervorgelege *l* oder in anderer, den örtlichen Verhältnissen angepasster Weise angetrieben wird. Auf der Scheibe *i* sitzt der Stift *m*, welcher sich bei der Drehung der Scheibe gegen den Griffarm der Gabel anlegt und diesen solange seitlich drückt, bis der Stift abgleitet. Hierdurch tritt die Gabel über den Rand der Rinne, während gleichzeitig die Spiralfeder gespannt wird, sodass beim Abgleiten des Armes *f* vom Stift *m* die Gabel in die Ruhelage zurückschnellt. Diese Bewegung wird durch eine Führung *n* und einen Anschlag *o* geregelt. — Die Gabel schwingt auf diese Weise bei jeder Bewegung durch die Fallbahn der in die Transportrinne fallenden Schnitzel und wirft etwas davon über den Rand *p* der Rinne hinweg, wo es von einem geeigneten Gefäss aufgefangen wird, das sich am besten gleichfalls selbsttätig während dieses Vorganges öffnen und schliessen müsste. Die Häufigkeit der Probenahme kann man durch die Drehgeschwindigkeit der Scheibe *i* und entsprechende Einrichtung der Antriebsvorrichtung regeln.

Frische Schnitzel von normalen gesunden Rüben können mit Sicherheit 4 Stunden aufbewahrt werden, ohne eine Zersetzung oder Veränderung ihres Zuckergehaltes zu erleiden. Voraussetzung ist dabei, dass das Sammelgefäss gut verschlossen gehalten wird, damit keine Verdunstung der Feuchtigkeit eintreten kann, und dass es nach jeder Entleerung gründlich von den alten Schnitzeln gesäubert und durch Auswischen, in besonderen Fällen auch durch Ausbürsten mit Kalkmilch oder der Lösung eines Antiseptikums, gereinigt wird, damit sich keine Infektionsherde bilden können. Unter normalen Verhältnissen wird man daher die Einzelproben durch 4 Stunden aufsammeln und dann das Gemisch zur Untersuchung bringen, da eine häufigere Untersuchung nicht geboten erscheint. Häufigere Untersuchung kann jedoch notwendig werden, wenn anormale, gefrorene oder wieder aufgetaute oder verdorbene Rüben zur Verarbeitung kommen. In diesen Fällen kann man zuweilen schon nach 3—4 Stunden deutliche Zeichen von Zersetzung bemerken, die Schnitzel geben einen Teil ihres Saftes ab, und die durch heisse wässrige Digestion unter Zusatz von Bleiessig erhaltenen Filtrate haben eine hell- bis dunkelgelbe, anormale Färbung. Dann ist häufigere Untersuchung, z. B. alle 2 Stunden, geboten, und man tut gut, die Durchschnittsproben auch durch Untersuchung von Einzelproben von je 1—2 Diffuseuren zu kontrollieren, welche in der Regel nur unwesentlich von den Durchschnittsproben abweichen dürfen.

Wenn Probenahme von ganzen Rüben vorgezogen wird, so würde derart zu verfahren sein, dass von jeder Verwiegung vor der Ausschüttung eine beliebige Rübe herausgegriffen wird und die Rüben in einem Korbe oder dergleichen gesammelt werden, der natürlich gleichfalls gut bedeckt zu halten und

an einem möglichst kühlen Ort aufzustellen ist, damit von der den Rüben anhaftenden Feuchtigkeit möglichst wenig verdunstet. Man würde dann, je nach der Grösse der Verarbeitung und der Fassung der benutzten Waage, eine ziemlich grosse Anzahl von Rüben, in 4 Stunden etwa 100—300 Stück, ansammeln. Da es nun nicht ausführbar erscheint, die Gesamtprobe zu mischen und aus ihr eine kleinere Probe zu ziehen, ist man gezwungen, von jeder Rübe einen bestimmten Teil herauszuschneiden und zu zerkleinern. Ein anderer Weg ist der, dass man die angesammelten Rüben in einer Schnitzelmaschine zerkleinert, welche man zuvor leer laufen lässt. Die erzeugten Schnitzel fängt man entweder sämtlich auf oder nimmt von ihnen unausgesetzt Proben, die so gewonnene grosse Probe kommt zur Mischung und eine aus ihr zu ziehende kleinere Probe zur weiteren Vorbereitung und Untersuchung. Beide Methoden bedürfen eines wesentlichen Arbeitsaufwandes, aus diesen Gründen ist die Probenahme von ganzen Rüben nicht zu empfehlen und nur als Ausweg anwendbar, wenn eine Entnahme von frischen Schnitzeln aus irgend welchen Gründen unmöglich ist.

In gewisser Beziehung einen Vergleich mit dem durchschnittlichen Zuckergehalt der eingeführten Rüben gewährt die Probenahme und Untersuchung der angefahrenen Rüben, wie sie, teils zwecks Bezahlung der Rüben nach dem Zuckergehalt, teils wenigstens zur Orientierung über die Qualität der Rüben der einzelnen Lieferanten, wohl allerorts üblich ist. Sie wird in der Weise ausgeführt, dass aus verschiedenen Gegenden des Wagens heraus eine Anzahl, in der Regel nicht unter 5 Stück, Rüben verschiedener Grössen herausgegriffen werden. Die Rüben werden entweder sofort untersucht oder gut bedeckt aufbewahrt, zwecks weiterer Vor-

bereitung zur Untersuchung werden sie durch Waschen mit einer Bürste und in kaltem Wasser gut gereinigt. Es darf nicht auffallen, wenn z. B. der mittlere Zuckergehalt der einzelnen Anfuhren eines Tages, die sofort verarbeitet wurden, in der Regel höher ist als der Durchschnittsgehalt der verarbeiteten frischen Schnitzel, denn einerseits unterliegen die ersteren Proben einer gründlicheren Reinigung, als wie sie die Rübenwäsche vornimmt, andrerseits erfahren die zur Verarbeitung kommenden Rüben durch die längere Berührung mit Wasser in den Schwemmen und Wäschen eine gewisse Gewichtsvermehrung und Zuckerauslaugung: beide Umstände vermindern den durchschnittlichen Zuckergehalt. Dazu treten die Fehler, die bei der Zerkleinerung ganzer Rüben oder deren Vorbereitung für die Analyse vorkommen können und auf welche gleich zu sprechen zu kommen sein wird.

Für die weitere Untersuchung müssen die auf eine der geschilderten Weisen entnommenen Proben zerkleinert werden. Die Wahl der

Zerkleinerungs-Vorrichtungen

richtet sich danach, ob Schnitzel oder ganze Rüben vorliegen, und welche Untersuchungsmethode man anwenden will.

α) Zerkleinerung von Schnitzeln. Nach Ablauf der bestimmten Zeit, also z. B. nach 4 Stunden, mischt man die Gesamtprobe der Schnitzel in dem Aufbewahrungsgefässe mittels der Hände gründlich durch und entnimmt eine kleinere, genügend grosse Durchschnittsprobe.

Für die alkoholische Extraktion oder die heisse wässrige Digestion, das sind die Untersuchungsmethoden, die für die Verlustbestimmung hauptsächlich in Frage kommen, genügt die Herstellung eines groben Breis, für die alkoholische

Digestion muss der Brei schon feiner sein, und für die kalte wässrige Digestion endlich ist ein sogen. geschliffener, unfühlbarer Brei feinster Beschaffenheit unbedingt notwendig.

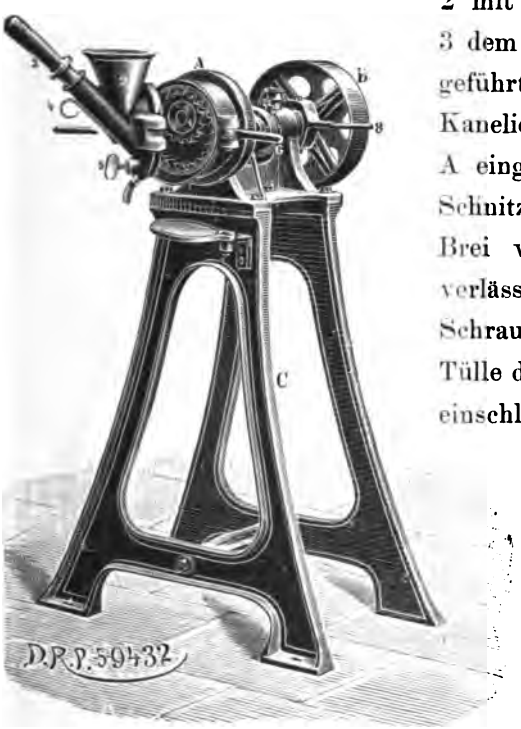
Die einfachste und vorteilhafteste Vorrichtung zur Herstellung eines groben Rübenbreis ist immer noch die altbewährte Fleischhackmaschine. Ihre geschlossene Form schützt den Brei vor Verdunstung, sie ist leicht zu reinigen, leistet ein ziemlich grosses Quantum und ist der Abnutzung bis auf die leicht auswechselbaren Messer kaum ausgesetzt. Man benutzt am besten innen emaillierte Maschinen mit Messern von höchstens 8—10 mm Zwischenraum. Bei der Benutzung gibt man die zuerst austretenden Teile des Breies noch einmal zurück, weil darin meist noch grobe Stücke enthalten sind, das übrige fängt man in einem Porzellan- oder Metallgefäss auf, welches gut verschliessbar sein muss, wenn der Brei nicht sofort, wie es aber die allgemeine Regel sein soll, zur Abwiegung kommen kann. Müssen viele Proben hintereinander zerkleinert werden, so genügt es, wenn man die Maschine jedesmal nur oberflächlich reinigt, und den ersten, etwa einer Füllung der Maschine entsprechenden Teil des neuen Breies, welcher Reste der vorhergehenden Mahlung enthält, hinweg tut.

Für eine feinere Zerkleinerung, welche für die alkoholische Digestion genügt, sind vielfach Handreiben (Reibeisen) und Maschinenreiben im Gebrauch, aber wenig zu empfehlen, weil sie sich äusserst schwer reinigen lassen und fast immer eine grosse, unbedeckte Fläche der Verdunstung darbieten. In diesen Fällen ist es vorzuziehen, den Brei noch ein- oder mehreremale durch die Hackmaschine gehen zu lassen.

Für die Herstellung von „geschliffenem Brei", welcher zum Gebrauch bei der kalten wässrigen Digestion unbe-

dingt notwendig ist, während er bei Anwendung der anderen Rübenuntersuchungsmethoden keine Vorteile, sondern höchstens Nachteile bietet, reichen Reib- oder Mahlvorrichtungen gewöhnlicher Art nicht aus. Von den älteren, für diesen Zweck bewährten Vorrichtungen ist ausser der Suckow'schen Mühle die Schnitzel-Quetschmühle von Robert Kiehle, Leipzig, zu nennen, welche für Transmissionsbetrieb eingerichtet ist. Sie ist in Fig. 5 geöffnet dargestellt; die Schnitzel werden durch den Trichter 2 mit Hilfe des Stopfers 3 dem Quetschstein 1 zugeführt, welcher in die Kanelierungen des Gehäuses A eingreift und dabei die Schnitzel zu einem feinen Brei verarbeitet. Dieser verlässt aus einer durch Schraube 5 regulierbaren Tülle das das Quetschwerk einschliessende Gehäuse, welches durch einen Deckel hermetisch verschlossen ist.

Fig. 5.

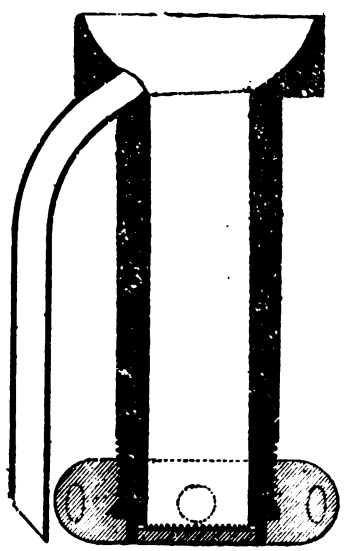


Gleichfalls durch Quetschen wird ein feiner Rübenbrei gewonnen mittels der neuerdings von Herles *(Böhm. Zeitschr. 1901/02, 165)* konstruierten Hebelpresse, deren Prinzip auch der von Pellet *(Vereinszeitschr. 1903, 780; 1905, 378)* sehr

empfohlenen Presse „Ohne Gleichen“ zu Grunde liegt. Bei beiden Apparaten werden die Schnitzel in ein zylindrisches Gefäss eingefüllt und mittels eines in dieses passenden Pressstempels durch den Boden des Gefässes, welcher mit einer grossen Anzahl feiner Öffnungen versehen ist, hindurchgepresst. Bei dem Apparat von Herles wird der Pressdruck durch einen Hebel bewirkt, bei der von Mastain und Delfosse konstruierten Presse durch eine Schraubenspindel. (Fig. 6.) Der wesentlichste Teil des letzteren Apparates ist der Zylinder für die Aufnahme des Pressgutes. (Fig. 7.) Der obere Teil dieses Presszylinders ist trichterförmig erweitert, und hier geht ein Röhrchen ab, welches bestimmt ist, in dem Falle, dass ausnahmsweise bei zu schnellem Anziehen des Pressstempels

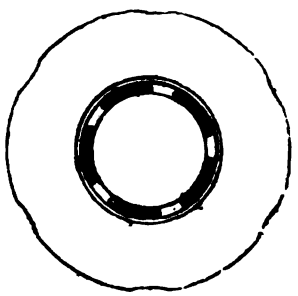
Fig. 6.

Fig. 7.



etwas Saft in den Trichter tritt, diesen in das untergestellte Sammelgefäss abzuführen. Die untere ringförmige Fläche des Zylinders ist mit einer Reihe kleiner Verzahnungen versehen und der Boden (Fig. 8) fest dagegen angeschraubt (siehe Fig. 7). Die Verzahnungen bilden also mit dem Boden kleine Kanäle, welche in eine kreisförmige, im Boden befindliche Sammelrinne münden, die 5 Öffnungen für den Austritt des Breies besitzt. Beim Anziehen des Pressstempels sind die in dem Zylinder enthaltenen Schnitzel gezwungen, durch die feinen Kanäle auszutreten, und werden dadurch in einen feinen Brei verwandelt. Man braucht also nur den mit dem Bodenstück verschlossenen Zylinder mit Schnitzeln oder besser mit gehacktem Brei zu füllen und den Pressstempel anzuziehen und fängt dann sofort den erzeugten Brei in einem untergestellten Schälchen auf. Wie ersichtlich, ist der Apparat sehr leicht zu reinigen und sogar vollständig zu sterilisieren.

Fig. 8.

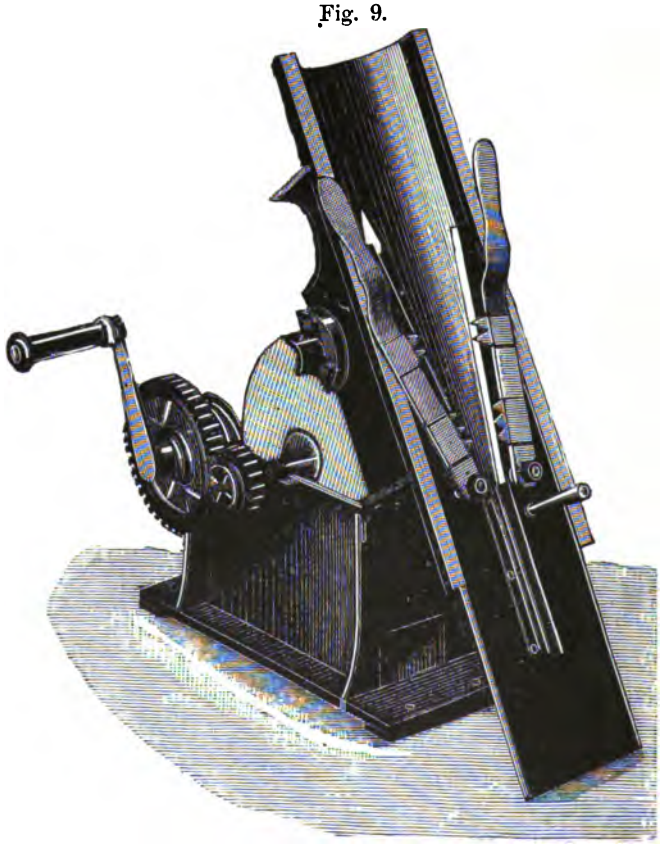


Die Pressen von Herles und Mastain-Delfosse haben den Nachteil, dass immer nur geringe Mengen Schnitzel auf einmal verarbeitet werden können, sodass mehrere Pressungen nötig sind, um die zur Erlangung einer besseren Durchschnittsprobe notwendigen grösseren Breimengen herzustellen, wenn man nicht vorzieht, grössere Mengen Schnitzel erst in einer Hackmaschine zu zerkleinern und eine Durchschnittsprobe des Breies in der Presse weiter zu verarbeiten.

β) Zerkleinerung von Rüben. Wenn Proben von nur wenigen Rüben vorliegen, so ist es möglich und auch das Vorteilhafteste, die ganzen Rüben zu zerkleinern. Un-

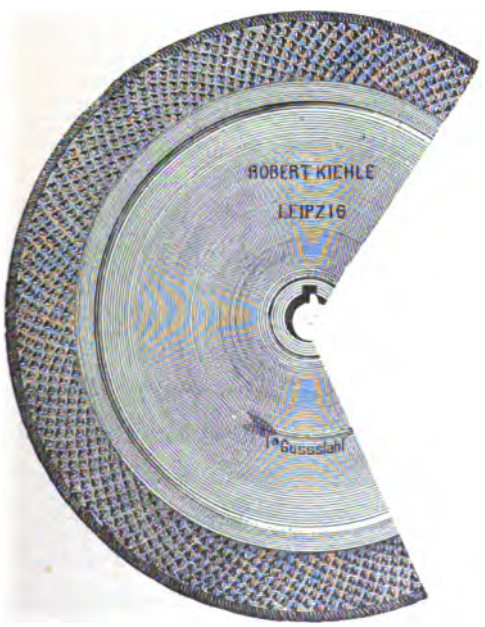
möglich, wenigstens für das Laboratorium, wird dies jedoch, wenn die Probe aus einer grösseren Anzahl von Rüben besteht. Man hilft sich dann dadurch, dass man einen aliquoten Teil der Rübe zur Zerkleinerung bringt. Das richtigste Ergebnis erhält man, wenn man die Rübe der Länge nach in 2, 4, 8 oder noch mehr Teile teilt, da dann die verschieden zuckerhaltigen Schichten der Rübe in den meisten Fällen im richtigen Verhältnis in der Probe enthalten sind. Die Teile werden dann in einer der beschriebenen Maschinen zerkleinert, nachdem man sie nötigenfalls vorher

Fig. 9.



erst grob mit dem Messer zerschnitten hat. — Nach dem gleichen Prinzipe erhält man feinen, geschliffenen Brei mit Hilfe der sogen. Rübenfräser, welche mittels einer Schleifscheibe gleichfalls ein Segment aus der Rübe herausschneiden und gleichzeitig zerkleinern. Derartige Fräser für Maschinen- oder Handbetrieb sind von Robert Kiehle und von Keil & Dolle konstruiert worden. Eine solche Segment-Reibe der letzteren Firma für Handbetrieb zeigt Fig. 9, welche ohne weitere Erläuterung verständlich ist. Die Rübe wird in einer Haltevorrichtung festgeklemmt und dann gegen die rotierende Reibscheibe angedrückt, der aus der Rübe herausgeriebene Brei (in der Regel $^1/_{12}$ oder $^1/_{16}$ ihres Gesamtgewichtes) sammelt sich in einem untergestellten Kasten an.

Fig. 10.

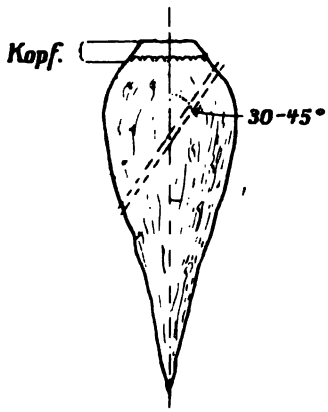


Neuerdings wird empfohlen, die Scheiben an Stelle des Raspelhiebes (Fig. 10) mit Feilenhieb zu versehen, weil der Brei im ersteren Falle dazu neigt, sich teilweise zu entsaften und nicht so fein und gleichmässig ausfällt; aus dem gleichen Grunde soll die Tourenzahl der Scheiben 500 bis 600 nicht überschreiten.

Nach einem anderen Prinzip sticht oder bohrt man aus jeder Rübe in schräger Richtung, vom Kopf nach dem unteren Teil, einen Pfropfen heraus (vergl. Fig. 11). Wie die Erfahrung gelehrt hat, entspricht der Gehalt dieses Pfropfens annähernd dem Zuckergehalte der ganzen Rübe, doch sind Abweichungen, je nach der Richtung der Durchbohrung, natürlich nicht zu vermeiden. Die Methode ist daher für die exakte Verlustbestimmung nicht geeignet, genügende Resultate ergibt sie zu Vergleichszwecken, also bei der Untersuchung von Mutterrüben oder zur Feststellung des Zuckergehaltes zwecks Bezahlung der Rüben, wenn darauf gehalten wird, dass die Bohrung möglichst gleichmässig, in derselben Richtung, erfolgt.

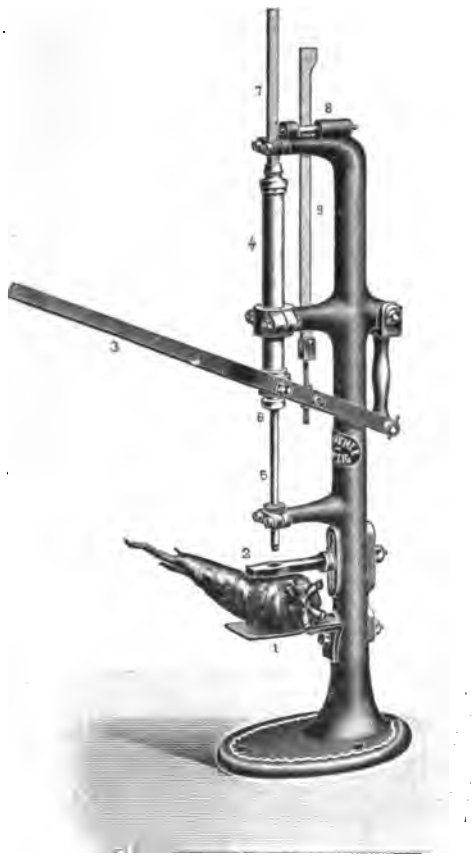
Fig. 11.

Schematische Darstellung des Bohrstiches an einer Rübe.



Für das Herausstossen von Pfropfen gibt es eine Anzahl verschiedener Vorrichtungen. Eine einfache Konstruktion kann man in jeder Fabrikwerkstatt leicht selbst anfertigen; bei derselben wird durch ein am unteren Rande zugeschärftes Rohr von geeigneter Länge und Durchmesser (ca. 18 mm) ein Pfropfen durch Hebeldruck aus der Rübe herausgestossen und bei Zurückbewegung des Hebels gleichzeitig aus dem Inneren des Rohres entfernt. Ähnliche Rübenstöpselmaschinen bauen u. a. Fr. Dehne, Halberstadt und Robert Kiehle (Fig. 12), bei dessen Konstruktion der Pfropfen durch Federdruck aus dem Bohrrohr entfernt wird. Die auf diese

Fig. 12.



Art gewonnenen Pfropfen werden dann in einer der angegebenen Weisen zerkleinert, speziell sind die Apparate von Herles und „Ohne Gleichen“ gerade dafür konstruiert, aus solchen Pfropfen einen unfühlbaren Brei herzustellen.

Eine Reihe anderer Maschinen bohrt einen Stöpsel aus der Rübe und zerkleinert diesen gleichzeitig.

Die Maschine von Fr. Dehne *(Centralbl. 1897/98,65)* bohrt feine Schnitzel aus der Rübe, welche jedenfalls nur für die heisse wässrige Digestion oder die alkoholische Extraktion geeignet sind. Feinen Brei für kalte wässrige Digestion liefern die altbekannte und bewährte Bohrmaschine von Keil & Dolle und die Maschine von M. Wahrendorf, Oschersleben (Fig. 13). Diese Maschinen besitzen einen Bohrer mit eigenartig gezahnter und durchbohrter Spitze oder mit einem Bohreinsatz mit gezahnten Schneiden, welche mit hoher Tourenzahl (ca. 3000) durch die Rübe geführt werden, wobei

Fig. 13.

sich in dem Rohre der sehr feine Brei ansammelt, welcher allerdings leicht zur Trennung in Saft und Pülpe neigt und aus dem Rohre durch eine geeignete Vorrichtung herausgestossen wird. Wenn es sich, wie bei der Verlustbestimmung, darum handelt, Durchschnittsproben aus einer grösseren Anzahl Rüben zu gewinnen, so empfiehlt es sich, am Ende der Bohrrohre die diese ringförmig einhüllenden (in Fig. 13 erkennbaren) Sammelkapseln oder Auffangschalen anzubringen.

Die dargestellte Maschine besitzt ferner eine Vorrichtung zum selbsttätigen Vorschieben und Andrücken der Rübe gegen die Spitze des Bohrers während des Bohrens und eine Einspann-Vorrrichtung, mit Hilfe deren es möglich ist, die Rüben sämtlich unter demselben Winkel zur Achse zu durchbohren, was zur Erlangung gleichartiger Untersuchungsergebnisse von grossem Vorteil ist.

c) Untersuchungsmethoden.

Nachdem der auf eine oder andere Weise gewonnene Rübenbrei innig durchgemischt ist, wird er sofort zur Abwägung und Untersuchung gebracht; für den Fall, dass er aufbewahrt werden muss, was nur auf kurze Zeit geschehen darf, muss die Aufbewahrung behufs Vermeidung jeder Wasserverdunstung in verschlossenen Gefässen geschehen.

Die geeigneten Untersuchungsmethoden für die Verlustbestimmung sind, wie erwähnt, die alkoholische Extraktion und die heisse wässrige Digestion; für Massenuntersuchung von Rüben empfehlen sich die einzelnen Arten der kalten wässrigen Digestion. Da in vielen Laboratorien noch immer die wenig zweckmässige alkoholische Digestion ihren Platz behauptet, so muss auch diese hier behandelt und die Bedingungen für ihre richtige Ausführung angegeben werden.

Die alkoholische Extraktion.

Diese Methode ist die genaueste und daher anzuwenden, wenn es auf unbedingte wissenschaftliche Genauigkeit ankommt, etwa auch zur Kontrolle der anderen Methoden in zweifelhaften Fällen (wie bei der Verarbeitung verdorbener Rüben); für die laufende Betriebskontrolle ist sie im allgemeinen zu schwerfällig.

Die zuerst von Scheibler angegebene Extraktionsmethode benutzt den bekannten Soxleth'schen Heber-Extraktionsapparat, der am besten die von Müller vorgeschlagene verbesserte Form zeigt, bei welcher das Heberröhrchen eine kleine, nach oben gerichtete, offene Verlängerung besitzt, welche durch einen Kork verschliessbar ist und aus der nach Bedarf kleine Proben der Extraktionsflüssigkeit entnommen werden können. Diese Form des Extraktionsapparates ist in Fig. 14 dargestellt, die Messkölbchen für die Extraktionsflüssigkeit haben in diesem Falle die von Herzfeld *(Vereinszeitschr. 1901, 334)* vorgeschlagene Form mit einer kugelförmigen Erweiterung von etwa 100 ccm Inhalt über der Marke, welche bestimmt ist, die von der oft stark stossenden Flüssigkeit emporgeschleuderten und schäumenden Teile aufzufangen, welche sonst zuweilen bis in das Extraktionsgefäss oder in den Kühler gelangen können. Sonst kann man auch die gewöhnlichen „gekröpften" Messkölbchen benutzen, wie sie auf Fig. 15 erkennbar sind. Hier sind 6 Extraktionsapparate nach Soxleth unter Benutzung von intensiv wirkenden Kugelkühlern zu einer handlichen Batterie vereinigt, die Beheizung des Wasserbades in diesem von A. Primavesi-Magdeburg hergestellten Apparate geschieht auf elektrischem Wege, kann aber natürlich auch durch andere Mittel erfolgen.

Fig. 14.

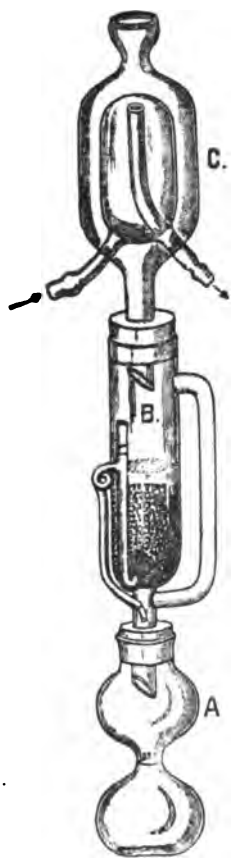
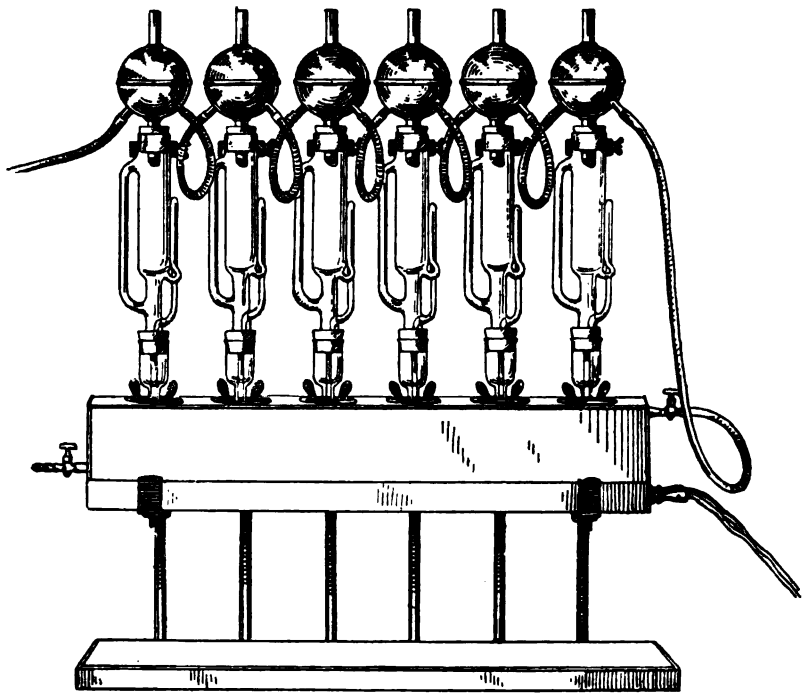


Fig. 15.



Zur Ausführung der Extraktion wiegt man das einfache Normalgewicht*) an gehacktem, grobem Rübenbrei in einer

*) Das Normalgewicht beträgt 26,048 g für 100 Mohr'sche ccm und eine Arbeitstemperatur von 17,5°, dagegen 26,0 g für Messgefässe, die nach dem metrischen Sistem für die Normaltemperatur von 20° geeicht sind. Beim Mohr'schen Sistem $\left(\frac{17,5°}{17,5°}\right)$ erfolgt die Eichung, indem man 100 g Wasser von 17,5° in das Kölbchen einwiegt, beim metrischen Sistem $\left(\frac{20}{4}\right.$, d. h. wahre ccm für eine Gebrauchstemperatur von 20°) fasst das Kölbchen 100 g Wasser von 4° und im luftleeren Raum gewogen; oder 99,7174 g Wasser von 20°, mit Messinggewichten und an Luft von der Dichr 0,0012 abgewogen (Herzfeld, *Vereinszeitschr. 1901, 268*). — Bei der Eichung der Kölbchen genügt es, wenn man das Wasser auf ± 0,03 g genau einwiegt. — Im folgenden wurde, wenn es nicht besonders anders bemerkt ist, der Gebrauch beider Sisteme offen gelassen, und es ist daher nur von „Normalgewicht" und „ccm" ohne nähere Angabe die Rede, die angegebenen Verhältnisse sind dann je nach Wahl gebührend zu berücksichtigen.

Schale ab, verrührt den Brei mittels eines Glasstabes mit 3 ccm Bleiessig*) und etwas 90 %igem Alkohol (der direkte Zusatz des Bleiessigs zum Brei erleichtert die Extraktion, da er das Pektin aus seinem gequollenen Zustande in dessen mehr körnige Bleisalze überführt), und bringt die Mischung mit Hilfe desselben Glasstabes verlustlos in den Heber-Apparat, dessen Boden mit einer kreisrunden Scheibe aus feinem Metallsieb (Haarsieb) oder dünnem Filz bedeckt ist, und in welchem man den Brei locker und gleichmässig verteilt. Die an Schale und Glasstab anhaftenden Teilchen spült man mit etwas 90 %igem Alkohol in das Gefäss und verbindet dieses dann mit dem Kühler und einem Messkölbchen von 100 ccm Inhalt. In letzteres gibt man soviel Alkohol von 90 %, dass insgesamt mit dem zum Einfüllen verwendeten Alkohol etwa 75 ccm verwendet werden. Bequemer ist es vielfach, wenn man den Rübenbrei direkt in das auf einer geeigneten Waage austarierte Extraktionsgefäss einwiegt, den Bleiessig gibt man in diesem Falle direkt in das 100 ccm-Kölbchen. Der Brei darf natürlich mit seiner Oberfläche nicht oberhalb des höchsten Punktes des Hebers sich befinden; falls geschliffener Brei verwendet wurde, muss er vor dem Einfüllen mit reinen Glasperlen gemischt werden, damit er gleichmässig von der Extraktionsflüssigkeit durchdrungen werden kann. — Man setzt dann das Kölbchen derart in ein siedendes Wasserbad, dass es bis zur Marke im Wasser

*) Herstellung von Bleiessig: 3 Teile Bleiacetat werden mit 1 Teil Bleiglätte verrieben und die Mischung unter Zusatz von $^1/_2$ Teil Wasser im Wasserbad geschmolzen, bis die anfänglich gelbe Mischung weiss oder rötlich-weiss geworden ist. Alsdann werden noch $9^1/_2$ Teile Wasser zugefügt und die Flüssigkeit in einem verschlossenen Gefäss zum Absetzen bei Seite gestellt. Der Bleiessig soll eine klare, farblose Flüssigkeit vom spez. Gew. 1,235—1,240 darstellen, gegen Lacmus alkalisch reagieren, darf aber Phenolphtalein nicht röten.

steht, und extrahiert 2 Stunden, wobei etwa alle 3—4 Minuten die Extraktionsflüssigkeit abhebern soll. Nach dieser Zeit prüft man die Extraktionsflüssigkeit mittels der α-Naphtol-Reaktion auf Zucker, indem man aus der Öffnung am Heber des Müller'schen Extraktionsgefässes durch ein Glasröhrchen einige Tropfen herausnimmt, diese in einem Reagensgläschen mit 1—2 ccm destilliertem Wasser und einigen Tropfen 20 %iger alkoholischer α-Naphtol-Lösung vermischt und die Mischung vorsichtig mit einigen ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet. Ist in der geprüften Flüssigkeit noch Zucker vorhanden, so zeigt sich an der Berührungsstelle der Schwefelsäure mit der wässrigen Flüssigkeit ein violetter Ring von mehr oder weniger intensiver Färbung. Da die Reaktion sehr empfindlich ist, empfiehlt es sich, zum Vergleich eine „blinde" Probe daneben anzustellen, indem man das destillierte Wasser in der angegebenen Weise mit α-Naphtol-Lösung und Schwefelsäure prüft. Gibt die Reaktion noch Zucker an, so wird die Extraktion fortgesetzt, bis eine neue Probe die Reaktion nicht mehr gibt. Da jedoch, selbst wenn die α-Naphtol-Reaktion Zucker nicht verrät, nicht ausgeschlossen ist, dass das Rübenmark immer noch Reste von Zucker zurückhält, so ist es in Fällen, wo es auf grosse Genauigkeit ankommt, angebracht, der 2-stündigen Extraktion eine halbstündige Nachextraktion folgen zu lassen, indem der Kolben mit dem Inhalt der ersten Extraktion mit einem Kölbchen, das nochmals 75 ccm Alkohol und 1 ccm Bleiessig enthält, vertauscht wird. — Nach beendeter Extraktion lässt man den Inhalt der Kölbchen erkalten, füllt bei der Normal-Temperatur mit Alkohol von 90 % zur Marke auf, mischt gut durch und filtriert unter Vermeidung jeder Verdunstung; das klare Filtrat wird zur Polarisation gebracht. Da das

einfache Normalgewicht auf 100 ccm gebracht war, gibt die Ablesung im 200 ccm-Rohr direkt den Zuckergehalt in Prozenten an, bei Verwendung eines 400 mm-Rohres wäre der Betrag zu halbieren.

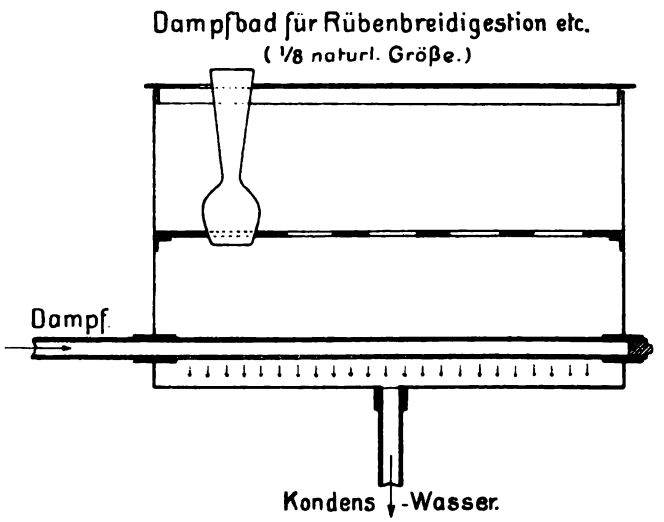
Heisse wässrige Digestion.

Diese, von Pellet angegebene Methode, ist wegen ihrer Sicherheit, Einfachheit und Schnelligkeit für die ständige Betriebskontrolle bei weitem am geeignetsten, erfordert aber freilich bei aller Einfachheit genaue Innehaltung bestimmter Vorschriften, wenn sie sichere Ergebnisse zeitigen soll. Der Vernachlässigung verschiedener wichtiger Punkte bei der wässrigen Digestion ist es hauptsächlich zuzuschreiben, dass so häufig abweichende Ergebnisse gegenüber den älteren Methoden festgestellt wurden.

Für die heisse wässrige Digestion genügt gleichfalls ein in der Hackmaschine erzeugter grober Brei, der in diesem Falle sogar dem feinen Brei vorzuziehen ist, weil die lästige Schaumbildung bei seiner Verwendung geringer ist. Man wiegt entweder direkt in einem tarierten Kolben von 200,7 ccm Inhalt mit trichterförmiger oder kropfförmiger Erweiterung des Halses das einfache Normalgewicht ab, oder bringt dieses aus einem Schälchen unter Nachspülen mit Wasser in einen solchen Kolben, setzt mindestens 6—8 ccm Bleiessig hinzu und füllt das Kölbchen mit kaltem Wasser zu etwa $^3/_4$ an. Dann bringt man es entweder in ein Wasserbad von 90—100° oder in ein geeignetes Dampfbad (Fig. 16) derart, dass es mindestens bis einige Zentimeter über der Marke sich in dem Heizmittel befindet, und belässt es hier eine Viertelstunde. Innerhalb dieser Zeit steigt die Temperatur des Kolbeninhaltes auf etwa 90°, und sämtliche ursprünglich in dem Rübenbrei

enthaltene Luft sammelt sich als ein dichter Schaum auf der Oberfläche der Flüssigkeit. Nunmehr entfernt man diesen Schaum, indem man aus einem Ätherspritzfläschchen einige

Fig. 16.



Tropfen Äther aufspritzt und mehrere Male das Kölbchen umschwenkt, und füllt dann mit fast siedendem Wasser das Kölbchen bis etwas über die Marke an. Die Digestion wird dann noch $^1/_2$ Stunde fortgesetzt, indem man den Kolbeninhalt auf 90°—95° erhält, darauf kühlt man zur Normaltemperatur ab, füllt die bis zur Marke fehlenden wenigen ccm mit Wasser nach, schüttelt gut um, filtriert und polarisiert. — Da das Volumen des Normalgewichtes an Rübenbrei 0,7 ccm*)

*) Nach den Untersuchungen von Rapp nimmt das Mark des Normalgewichts an Rübenbrei 0,6 ccm ein, nach neueren Angaben von Pellet dagegen ist das Volumen meist grösser und beträgt bis zu 1,2 ccm; Sachs nimmt 1,0 ccm an. In Übereinstimmung mit der Praxis einer Anzahl von Fabriken ist daher das Mark-Volumen etwas höher, nämlich auf 0,7 ccm, angesetzt worden.

beträgt, hatte man das einfache Normalgewicht auf ein Volumen von 200,7 — 0,7 = 200,0 ccm gebracht; man erhält also, wenn man in einem 400 mm-Rohr beobachtet, direkt die Prozente Zucker.

Um richtige Resultate zu erhalten, muss man den Bleiessigzusatz nicht zu gering, sondern in der angegebenen Höhe von 6—8 ccm halten, weil sonst nicht alle rechtsdrehenden Stoffe, die sich in Wasser viel reichlicher lösen als in Alkohol, ausgefällt werden, das Polarisationsergebnis würde also bei zu geringem Bleiessigzusatz zu hoch ausfallen. Andererseits würde es zu niedrig ausfallen, wenn man den Kolben während der eigentlichen Digestion nicht derart füllt, dass nach dem Erkalten nur wenige ccm bis zur Marke fehlen, sondern vielleicht etwa mit zu $^3/_4$ gefülltem Kolben (wie bei der alkoholischen Digestion) digeriert und erst nach dem Erkalten den beträchtlichen Rest durch kaltes Wasser auffüllt. Die Digestion hat den Zweck, den vorhandenen Zucker in dem Brei und der ihn umgebenden Flüssigkeit gleichmässig zu verteilen; wird das Volumen letzterer plötzlich beträchtlich verändert, so ist es während der kurzen Dauer des dann folgenden Umschüttelns nicht möglich, dass der in den Teilchen des Breies vorhandene Zucker schnell genug diffundiert; der Brei bleibt also zuckerreicher und die Flüssigkeit zuckerärmer, als es der Wirklichkeit entspricht. Auf diese beiden Punkte, richtigen Bleiessigzusatz, und Digestion bei vollkommen gefülltem Kölbchen, ist daher ganz besonderer Wert zu legen; man wird in diesem Falle finden, dass dann die Ergebnisse der alkoholischen Extraktion und der heissen wässrigen Digestion durchaus übereinstimmen.

Kalte wässrige Digestion.

Diese Methode eignet sich wegen ihrer Schnelligkeit besonders für Massenuntersuchungen; falls sie auf einen sehr gleichmässig feinen Rübenbrei angewendet wird, ergibt sie mit der heissen wässrigen Digestion gut übereinstimmende Resultate.

α) Methode von Pellet. Nach der ursprünglichen Vorschrift Pellet's verfährt man folgendermassen. Das einfache Normalgewicht des auf irgend eine Weise gewonnenen Rübenbreies wird in ein Digestionskölbchen mit Marke bei 200,7 ccm gebracht, 6—8 ccm Bleiessig hinzugesetzt und das Kölbchen etwa zu $^3/_4$ mit kaltem Wasser aufgefüllt. Man schwenkt gut um und lässt 20—25 Min. stehen, damit alle Luftblasen, die im Brei vorhanden sind, nach oben steigen können. Nun entfernt man mit einigen Tropfen Äther unter gleichzeitigem Umschwenken und Drehen des Kölbchens die Schaumdecke, füllt bei Normaltemperatur bis zur Marke auf, mischt gut durch, filtriert und polarisiert. Man kann dem Filtrat vor der Polarisation 1—2 Tropfen Essigsäure zusetzen, damit das Drehungsvermögen des gelösten Asparagins aufgehoben wird.

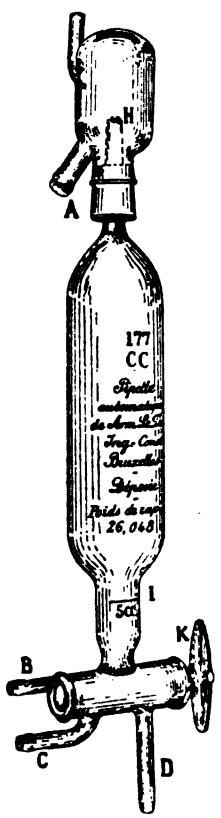
β) Verfahren nach Sachs und Le Docte. In der Praxis gestaltet sich die kalte wässrige Digestion nach Pellet insofern schwierig, als die vollkommene Entluftung des verwendeten feinen Breies und die Entfernung des Schaumes oft nur unvollkommen gelingt, es leidet darunter die Sicherheit der Einstellung zur Marke und also das gesamte Untersuchungsergebnis. Man ist daher davon abgegangen, eine gewisse Menge Brei in einem Messkölbchen zu einem bestimmten Volumen aufzufüllen, sondern man setzt einer abgewogenen Menge Brei soviel Bleiessig und Wasser aus

Pipetten zu, dass das Volumen von Wasser + Bleiessig + Saft, der in der abgewogenen Breimenge vorhanden ist, den gewünschten Wert, also z. B. von 200 ccm erreicht. Dieses zuerst von Kaiser und Lewenberg durchgeführte Prinzip erfuhr praktische Verbesserungen durch Fr. Sachs *(Sucr. Belge 1896, 10; Vereinszeitschr. 1896, 865)*, und Le Docte konstruierte einen Apparat zur schnellen Ausführung vieler Untersuchungen. Sachs ging von der Annahme aus, dass der Rübenbrei 95 % Saft von etwa 1,076 spezifischem Gewicht (18,4 Bx) enthält. 26,048 g enthalten demnach $\frac{26{,}048 \cdot 0{,}95}{1{,}076}$ = rund 23 ccm Saft; um ein Volumen von 200 ccm zu erhalten, müssen also 177 ccm Wasser + Bleiessig hinzugefügt werden. Man wägt daher das einfache Normalgewicht feinen Rübenbreies in zylinderförmige, glattrandige, mit flachem Boden versehene Schalen aus verzinntem Kupfer (siehe Fig. 17), welche sämtlich dieselbe Tara besitzen, ab, setzt

Fig. 17.

aus der Pipette 5 ccm Bleiessig + 172 ccm Wasser oder 177 ccm einer Mischung von 1 Teil Bleiessig mit 30 Teilen Wasser hinzu, verschliesst das Schälchen mit einer passenden, mit Kautschuk überzogenen, mit Vaseline leicht eingefetteten runden Scheibe aus starkem Glas und schüttelt heftig durch (Fig. 17). Nach 3 Minuten ist die Lösung beendigt, man entfernt die Verschlussplatte, indem man sie am Rande des Gefässes abstreicht, filtriert und polarisiert im 400 mm-Rohr, wenn man direkt den Zuckergehalt abzulesen wünscht. Der wichtigste Teil des von Le Docte angegebenen Apparates zur raschen Ausführung vieler Analysen ist die in Fig. 18 dargestellte Pipette, welche bis zum oberen Ende *H* genau 177 ccm fasst und am unteren Ende durch den Dreiwegehahn *K* verschlossen ist. Zuerst lässt man durch den Hahn mittels des Röhrchens *B* aus einer Vorratsflasche 5 ccm Bleiessig bis zur Marke *J* einfliessen. Dreht man den Hahn eine Vierteldrehung weiter, so fliesst durch *C* Wasser zu, bis die Pipette überläuft, die überlaufende Flüssigkeit wird durch *A* in eine dafür bestimmte Flasche geleitet. Durch eine weitere Vierteldrehung des Hahns wird die Pipette geschlossen und durch die nächste Drehung wieder geöffnet, sodass ihr Inhalt durch das Röhrchen *D* in das untergestellte Gefäss sich entleeren kann, welches die abgewogene Menge Rübenbrei enthält.

Fig. 18.



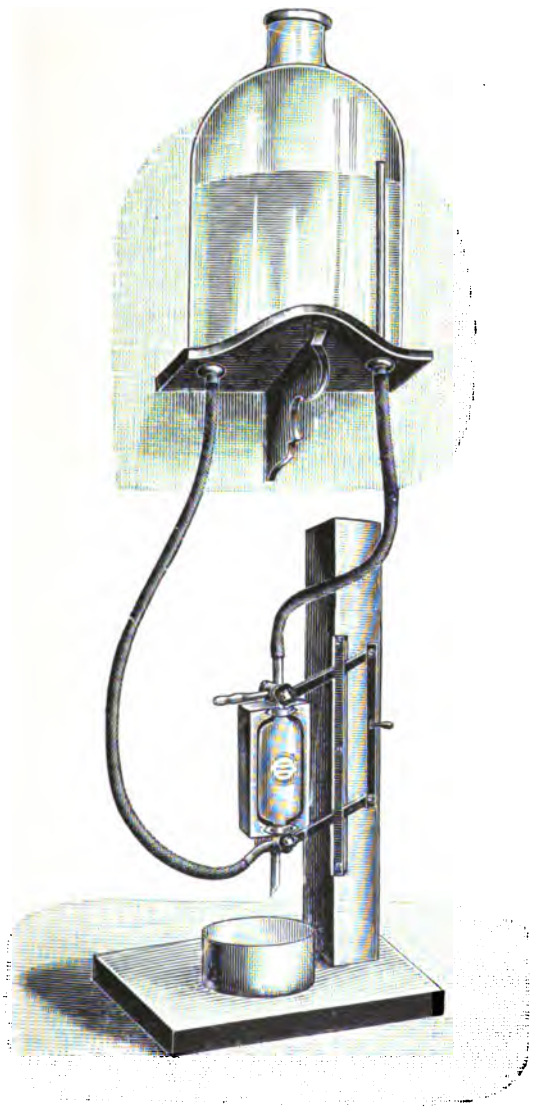
Die Pipette muss öfter durch verdünnte Essigsäure gereinigt werden.

η) Verfahren von Fr. Krüger. Dieses ist gleichfalls eine praktische Abänderung des oben angegebenen Prinzips. Krüger nimmt an, dass der Rübenbrei 95 % Saft von 17,0 Bx = 1,07 sp. Gew. enthält, 26,048 g enthalten also $\frac{26{,}048 \times 0{,}95}{1{,}07} = 23{,}12$ ccm Saft. Da die Polarisationsmethode auf der Voraussetzung beruht, dass 26,048 g der zu untersuchenden Substanz in 100 ccm Flüssigkeit gelöst sein müssen, so fehlen noch 100 — 23,12 = 76,88 ccm Flüssigkeit, die in Gestalt von Wasser und Bleiessig zugesetzt werden müssen. Es besteht also ein Verhältnis von Brei : Wasser = 26,048 : 76,88 oder = 1 : 2,951; nach Sachs beträgt es 26,048 : 77,0 oder 1 : 2,956. In der Praxis ist es genügend genau, wenn man das Verhältnis 1 : 3 wählt. Krüger hat nun eine sehr praktische Pipette konstruiert, die sich durch einen Handgriff selbsttätig füllt, durch einen weiteren Handgriff entleert, sich aber schwer in einer vorher genau bestimmten Grösse herstellen lässt. Sie hat einen Inhalt von 70—80 ccm, der durch Auswiegen des auslaufenden destillierten Wassers genau festgestellt wird, $^1/_3$ des Gewichtes des festgestellten Inhaltes ist dann das für die betreffende Pipette nötige Normalgewicht. Gesetzt also, die Pipette fasste 78,5 ccm, so wäre das ihr eigentümliche Normalgewicht $\frac{78{,}5}{3} = 26{,}166$ g Brei.

Man arbeitet mit dem Apparat von Krüger in folgender Weise: Das für den betreffenden Apparat giltige Normalgewicht an Rübenbrei wird in kleine Schalen aus Nickelblech mit flachem Boden abgewogen, die durch angelötete Kupferscheibchen alle

auf ein gleiches Gewicht gebracht sind, sodass ein Taragewicht für sämtliche Schälchen genügt. Dann gibt man mittels der Pipette das 3-fache Volumen einer Mischung von 1 Teil Bleiessig mit 9 Teilen Wasser zu, rührt mittels kleiner Glasstäbchen um, lässt 20 Minuten stehen, filtriert und polarisiert. Bei Anwendung eines 200 mm-Rohres gibt die Ablesung direkt Prozente Zucker an.

Fig. 19.

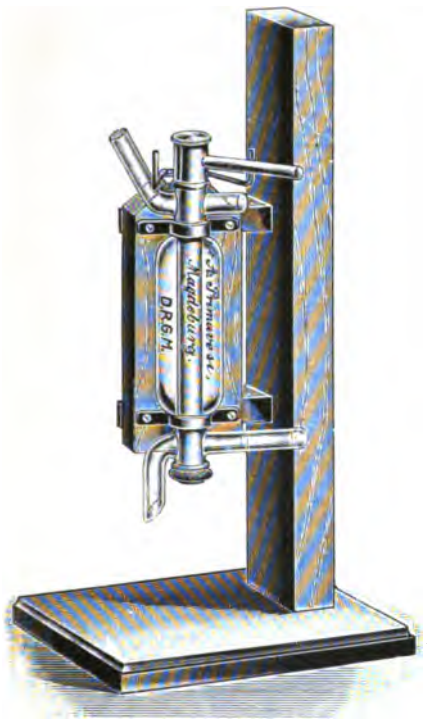


Die gewöhnliche Zusammenstellung des Krüger'schen Apparates zeigt Fig. 19. Die Pipette ist oben und unten durch je einen Dreiwegehahn verschlossen, welche

beide gleichzeitig durch zwei mittels Stange verbundene Hebel bewegt werden können. Die Pipette ist durch Schlauchleitungen in der aus der Fig. 19 ersichtlichen Weise mit einer doppelt tubulierten, verdünnten Bleiessig (1 : 9) enthaltenden Flasche verbunden. In der dargestellten Stellung des Hebels fliesst durch den unteren Hahn Bleiessig-Wasser in die Pipette ein, während der obere Hahn die Verbindung mit der Aussenluft durch das Standrohr innerhalb der Bleiessigflasche vermittelt. Wird die Hebelstange nach unten gezogen, so läuft der Inhalt der Pipette in das untergestellte Gefäss aus, während durch den seitlichen Ansatz des oberen Dreiwegehahns die Luft nachdringt. Diesen seitlichen Ansatz verbindet man zweckmässig mit einem Absorptionsröhrchen, das mit Stückchen von Kali-Hydrat gefüllt ist, um das Innere der Pipette vor dem Ansetzen von Blei-Karbonat zu bewahren. Täglich einmal wird die Pipette durch Einziehen von verdünnter Essigsäure von den trotzdem entstandenen Bleisalzkrusten befreit.

Da die Pipetten in dieser Ausführung den Übelstand zeigten, dass ihre Reinigung mit einigen Schwierigkeiten verbunden war und dass die Hahnkücken sich ziemlich leicht festsetzten, sodass beim Versuch sie zu lösen die Pipette zerbrechen konnte, so hat A. Primavesi eine neue Pipette konstruiert, die diesen Unannehmlichkeiten nicht unterworfen ist. Diese Pipette (Fig. 20) ist mit einem durchgehenden, oben und unten eingeschliffenen Hahnstopfen versehen, dessen Bohrungen durch eine geringe Drehung im Viertelkreisbogen mit den Zu- oder Abflussröhren in Verbindung treten. In dieser Gestalt bietet die Reinigung der Apparate keine Schwierigkeiten mehr, da man einfach den Hahnstopfen entfernen kann; auch ist, wenn man den Hahn gut einfettet,

Fig. 20.

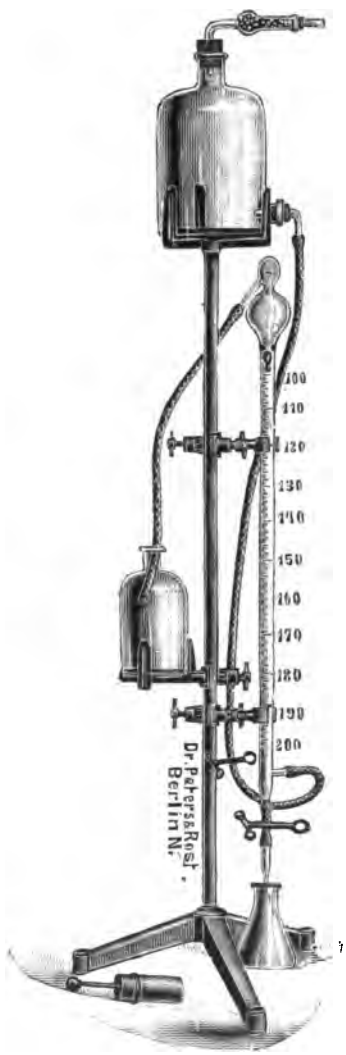


kein Festsetzen desselben mehr zu befürchten. — Eine andere vereinfachte und verbesserte Messpipette für das Krüger'sche Verfahren haben Frühling & Schulz konstruiert.

δ) Methode von Plahn. Diese Methode geht überhaupt nicht von einem bestimmten Normalgewicht aus, sondern eine beliebige Rübenbreimenge, deren Gewicht man feststellt, wird mit derjenigen Flüssigkeitsmenge versetzt, welche notwendig ist, um das der Polarisation zu Grunde liegende Verhältnis (26,0 oder 26,048 g Brei zu 100 ccm Lösung) herzustellen. Die Berechnung der Flüssigkeitsmenge geschieht analog der vorhergehend beschriebenen Methode, die Berechnungen sind in einer Tabelle zusammengestellt, aus welcher man direkt für jedes Gewicht Brei die erforderliche Menge Flüssigkeit (Gemisch von Wasser und Bleiessig 1 : 30) abliest. Die Flüssigkeit wird aus einer Bürette zugesetzt, als Digestionsgefässe dienen Glaskölbchen, welche mit Gummistopfen verschlossen werden, und deren Gewicht einschliesslich Stopfen dem Glase aufgeätzt ist. Die Kölbchen werden von dem die Rübenzerkleinerungsmaschine bedienenden

Arbeiter mittels eines Stössels aus Zinkblech (siehe Fig. 21), welcher 45—65 g Brei fasst, gefüllt, sofort mit dem zugehörigen Gummistopfen verschlossen und dem Laboratorium übergeben. Dort wird durch Wägung das Breigewicht festgestellt, aus der Bürette, welche vorteilhafter Weise mit automatischer Nullpunkteinstellung versehen ist, die erforderliche Flüssigkeitsmenge zugesetzt, umgeschüttelt, filtriert und polarisiert. Das Verfahren hat ausser den Vorzügen der eben beschriebenen Methoden (Wegfall des Einspülens und des Entluftens) den Vorteil, dass man schneller das Gewicht einer gegebenen Menge feststellen, als eine bestimmte Menge einwiegen kann, und dass Verdunstungsverluste vollkommen ausgeschlossen sind. Dies empfiehlt die Methode für Laboratorien, in welchen eine sehr grosse Zahl von Untersuchungen notwendig ist (Bezahlung der Rüben nach dem Zuckergehalt) und wo es sich oft nicht vermeiden lässt, dass die Brei-Proben nach der Zerkleinerung eine wesentliche Zeit stehen bleiben.

Fig. 21.



Heisse alkoholische Digestion.

Die warme alkoholische Digestion nach Rapp-Degener gibt, wie durch vielfache Erfahrung feststeht, zu niedrige Ergebnisse, wenn sie nicht sehr sorgfältig und in der zweckentsprechenden Weise durchgeführt wird, sie hat daher nur vergleichenden Wert und ist für die exakte Verlustbestimmung und Betriebskontrolle nicht anwendbar.

Für die alkoholische Digestion ist ein einfach gehackter Brei auf keinen Fall verwendbar, es ist vielmehr ein Brei von mittlerer Feinheit notwendig, wie man ihn z. B. durch mehrfaches Hindurchschicken des Breies durch die gewöhnliche Fleischhackmaschine erhält. Man wiegt das doppelte Normalgewicht eines derartigen Breies ab, durchfeuchtet bereits im Schälchen mit 4—6 ccm Bleiessig und etwas Alkohol von 90 Vol.-Proz., spült mit Alkohol verlustlos in einen Kolben (mit kropf- oder trichterförmiger Erweiterung) von 201,4 ccm Inhalt, gibt dann noch soviel Alkohol zu, dass der Kolben zu etwa $^4/_5$ gefüllt ist, und verschliesst ihn mit einem Korkstopfen, durch den ein Kühlrohr von 10 mm lichter Weite und 50 cm Länge geführt ist. Nach gutem Umschwenken setzt man den Kolben in schräger Lage in ein Wasserbad, erhält den Kolbeninhalt mindestens 20 Minuten im Sieden, nimmt dann das Kölbchen aus dem Bade, entfernt das Kühlrohr, nachdem dieses sowie der Korkstopfen zuvor mittels Alkohol abgespült sind, und füllt das Kölbchen bis etwas über die Marke mit Alkohol auf. Sodann wird das Kölbchen nochmals kurze Zeit in das kochende Wasserbad eingeführt, bis in dem Alkohol Bläschen emporsteigen und der Inhalt des Kolbens auf diese Weise durchgemischt ist; man nimmt darauf das Kölbchen aus dem Bade und lässt unter zeitweiligem Durchmischen, je nach der Feinheit des verwendeten

Breies, 1—2 Stunden stehen, um die Diffusion des in den Zellen eingeschlossenen Saftes in die umgebende zuckerärmere Flüssigkeit zu ermöglichen. Sodann wird bei Normaltemperatur mit Alkohol zur Marke aufgefüllt, unter Vermeidung jeder Verdunstung filtriert und polarisiert. Bei Beobachtung im 200 mm-Rohr liest man direkt Zuckerprozente ab. — Nur durch längeres Stehenlassen des fast vollständig aufgefüllten Kölbchens erreicht man, dass der Zucker sich gleichmässig in der gesamten Digestionsflüssigkeit verteilt; will man das lange Stehenlassen vermeiden, so muss man die Digestion, wie bei der Wassermethode, mit einem bis etwas über die Marke gefülltem Kölbchen, bei einer Temperatur des Wasserbades von 75—80 °, vornehmen. Man digeriert $^1/_2$ Stunde und braucht dann nach dem Abkühlen und Einstellen zur Marke die Probe nur $^1/_2$ Stunde stehen zu lassen.

Bei den Digestionsmethoden wurden oben zur Verwendung Kölbchen von 200,7 ccm für das einfache, von 201,4 ccm für das doppelte Normalgewicht empfohlen, unter der Annahme, dass das Mark des einfachen Normalgewichtes einen Raum von 0,7 ccm einnimmt. Man kann, wie bekannt, natürlich auch je nach den besonderen Verhältnissen, unter denen die Untersuchungen geschehen, andere Gewichtsmengen Rübenbrei und entsprechende Volumen-Verhältnisse wählen, also z. B. für die heisse und kalte wässrige Digestion (bei Verwendung von Kolben des metrischen Sistems):

6,5	g	zu	50,2	ccm
10	g	„	77,2	„
12,96	g	„	100,0	„
13	g	„	100,4	„
25,91	g	„	200,0	„
26	g	„	200,7	„

d) Allgemeine Vorschriften für die Polarisation.

Für die Vorbereitung der auf die eine oder die andere Weise gewonnenen Lösungen zur Polarisation ist, wie an den betreffenden Stellen schon bemerkt wurde, zuerst wichtig, dass keine Änderung der Konzentration, besonders also keine Verdunstung bei der Filtration, stattfindet. Man muss also die ersten Anteile des Filtrates hinweggeben, da sie durch den Feuchtigkeitsgehalt des Filters in ihrer Konzentration beeinflusst sind. Verdunstungsverluste sind bei wässrigen Lösungen kaum zu befürchten, sehr merklich können sie aber bei den alkoholischen Lösungen sein, hier müssen also streng die entsprechenden Vorsichtsmassregeln (mit bedecktem Trichter in ein bedecktes Gefäss filtrieren!) inne gehalten werden. Die Lösungen müssen ferner vollkommen klar sein, was man mit Leichtigkeit bei Verwendung guter Filter durch wiederholtes Zurückgiessen erreicht, und wenn man nicht zu früh nach erfolgtem Bleiessigzusatz filtriert; die Beobachtung lässt sich um so leichter anstellen, je weniger gefärbt die Lösungen sind. In letzterer Hinsicht ergibt sich ein weiterer Vorteil zu Gunsten der durch wässrige Digestion erhaltenen Lösungen, die im Gegensatz zu den gelblichen alkoholischen Lösungen meist vollkommen wasserhell sind.

Für die Beobachtung füllt man die Lösungen in Röhren ein, deren normale Länge 200 mm beträgt. Wo es die Farbe und Klarheit der Lösung zulässt, ist es natürlich von Vorteil, wenn man Röhren der doppelten Länge verwenden kann, weil dann die Beobachtungs- oder Ablesefehler halbiert werden. Umgekehrt muss man für stark gefärbte Lösungen Röhren der halben Länge verwenden. Die Röhren sind aus Messing oder Glas hergestellt; vorzuziehen sind wohl letztere, da sie

leichter zu reinigen und nicht der Veränderung ihrer Länge durch Verbiegen unterworfen sind. Der Verschluss ist entweder Schraubenverschluss oder Verschluss nach Landolt (aufschiebbarer, federnder Deckel) (Fig. 22), letzterer hat den Vorteil, dass er die Deckgläschen stets gleichmässig und nicht zu stark anpresst, ausserdem auch sich schneller und leichter schliessen und öffnen lässt. Beim Füllen und Schliessen der Röhren muss man darauf achten, dass keine Luftblasen in diesen zurückbleiben, die sonst das Gesichtsfeld verkleinern und die Beobachtung erschweren. Eine sehr praktische Röhre, bei der man diese zeitraubende Vorsicht unterlassen kann, ist die Patent-Beobachtungsröhre von Franz Schmidt & Haensch (Fig. 23), sie gewährt im Gebrauch grosse Bequemlichkeit und Sauberkeit, da man sie nicht bis zum äussersten Rande zu füllen braucht. Die Füllung erfolgt von der der Erweiterung entgegengesetzten Seite, eine mit eingeschlossene kleine Luftmenge verschwindet nach einmaligem Umkippen der Röhre in Form einer Blase (*a*) in der an einem Röhrenende angeordneten genannten Erweiterung und kann somit bei der Beobachtung nicht stören. Die gleichen Vorteile bietet die Beobachtungsröhre mit Eingussstutzen (Fig. 24), welcher ferner den Vorzug hat, dass man die etwaige optische Wirkung der Deckgläschen feststellen kann, indem man zuerst durch die mit Wasser gefüllte Röhre beobachtet und diesen Einfluss dann bei der späteren Untersuchung der Zuckerlösung in Rechnung

Fig. 22.

Fig. 23.

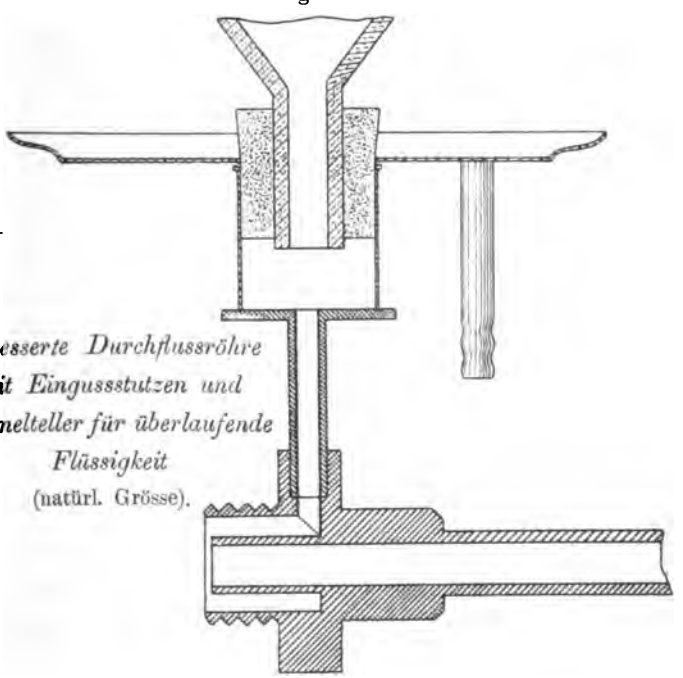
ziehen kann, da die Röhre immer dieselbe Lage im Apparat einnimmt. Aus diesem Grunde ist diese Röhre nach

Fig. 24.

Schönrock *(Vereinszeitschr. 1904, 521)* diejenige, welche für alle genaueren Untersuchungen anzuwenden ist.

Für Massenuntersuchungen sehr geeignet ist die Durchflussröhre von Pellet, entweder in ihrer ursprünglichen Form, bei welcher die Einfluss- und Abflussstutzen unmittelbar in das Innere des Polarisationsrohres, dicht an den Verschlussgläschen, eingeführt sind, oder in der verbesserten Gestalt (Fig. 25), bei welcher die eintretende Flüssigkeit

Fig. 25.



Verbesserte Durchflussröhre mit Eingussstutzen und Sammelteller für überlaufende Flüssigkeit (natürl. Grösse).

ringförmig am Deckgläschen verteilt wird. Sie ist brauchbar nur für wässrige, nicht zu konzentrierte Lösungen, also ganz besonders für die Rübenuntersuchung und die Bestimmung der Verluste in Ablaufwässern und Schlamm, da alkoholische und konzentriertere Lösungen kein von Schlierenbildung freies Gesichtsfeld ergeben. Man füllt die Röhre entweder durch einen kleinen Trichter, der auf den entsprechend geformten Einlaufstutzen der Röhre aufgesetzt wird, während am anderen Ende der Röhre die Flüssigkeit durch einen als Heber wirkenden, mit Quetschhahn verschliessbaren Gummischlauch oder vorteilhafter durch ein T-förmiges, in seiner Höhe verstellbares Standrohr in der in Fig. 26 dargestellten Weise abläuft, bei dessen Gebrauch die Röhre sich durch einfaches Eingiessen der Flüssigkeit ohne weitere Handgriffe selbsttätig füllt (*Vereinszeitschr. 1892, 277*). Oder man saugt mittels des als Heber wirkenden Abflussschlauches die zu polarisierende Flüssigkeit aus einem untergestellten Gefäss mittels Glasrohr und Gummischlauch in die Röhre ein; letztere Anordnung ist vorzuziehen, wenn man mit nur

Fig. 26.

geringen Flüssigkeitsmengen arbeiten muss, da dann die Verdrängung der in der Röhre befindlichen Flüssigkeit durch die neue leichter ohne Vermischung erfolgt.

Kommt es darauf an, bei genau bestimmten Temperaturen zu arbeiten, also ganz besonders bei der Beobachtung invertierter Lösungen, so benutzt man Röhren mit Doppelmantel für Umspülung mit Wasser geeigneter Temperatur und mit Tubus für die Einführung eines genauen (in $^1/_{10}{}^0$ geteilten) Thermometers.

Für die Erzielung richtiger Beobachtungen vermittelst der Röhren gelten folgende Voraussetzungen: Die Röhren müssen erstens genau die vorgeschriebene Länge besitzen (bei Röhren aus guten Bezugsquellen trifft diese Bedingung ohne weiteres zu). Ferner müssen die Verschlussflächen genau parallel abgeschliffen sein. Man prüft die Röhren, ob sie diese Eigenschaft besitzen und nicht etwa durch Verbiegung verloren haben, indem man sie mit Wasser gefüllt in den Polarisationsapparat einlegt und langsam um ihre Längsachse dreht, das Beobachtungsfeld darf dann keine Schwankungen (Verschiebung von oben nach unten) zeigen. Endlich müssen die zum Verschluss der Röhren dienenden Deckgläschen optisch-inaktiv sein; bevor man neue Deckgläschen in Benutzung nimmt, prüft man sie, indem man eine mit Wasser gefüllte Röhre damit verschliesst, das auf gleiche Beleuchtung eingestellte Gesichtsfeld darf beim Einlegen und langsamen Drehen der Röhre keine Veränderung zeigen. Bekanntlich nehmen optisch-inaktive Gläschen durch zu starken Druck optische Aktivität an, beim Verschliessen der Röhren durch Schraubenköpfe muss hierauf entsprechende Rücksicht genommen werden. Die ebenen Flächen der Deckgläschen müssen genau parallel sein, fehlerhafte Gläschen

erkennt man daran, dass sie, bei schnellem Drehen zwischen Daumen und Zeigefinger, die durch sie betrachteten Gegenstände (z. B. ein Fensterkreuz) in tanzender Bewegung erscheinen lassen.

Das Prinzip der Untersuchung von Zuckerlösungen durch Beobachtung ihres Drehungswinkels im durchfallenden polarisierten Licht in den Polarisationsapparaten, sowie deren hauptsächlichste Konstruktionen, können als bekannt vorausgesetzt werden. Nur einige Gesichtspunkte für die Wahl eines geeigneten Apparates sollen aufgestellt werden. Die Farben-Apparate sind mit Recht durch die genaueren, die Einstellung erleichternden Halbschatten-Apparate verdrängt worden. Das zweiteilige Gesichtsfeld der letzteren ist bei einigen neuen Konstruktionen durch ein dreiteiliges oder ringförmig geteiltes ersetzt worden, jedoch wird, anscheinend nicht ohne Berechtigung, bestritten, dass dadurch wirklich die erwünschte erleichterte und schärfere Einstellung möglich sei, weil das dreifache Gesichtsfeld die Augen täusche und sehr anstrenge. Die empfehlenswertesten Apparate sind wohl solche mit doppelter Keil-Kompensation, die dementsprechend 2 Skalen besitzen. Man kann, nachdem man ihren Nullpunkt und Hundert-Punkt (oder einen diesem naheliegenden Punkt) geprüft hat, durch den zweiten Keil und seine Skala jeden Punkt der ersten Skala mit einer wenigstens für die Verhältnisse der analytischen Praxis ausreichenden Genauigkeit prüfen, ausserdem kann man mit diesem Apparat unbeschränkt Linksdrehungen jeder Grösse feststellen und Änderungen des Nullpunktes des Arbeitskeiles durch Verschiebung des Kontroll-Keiles ausgleichen. Die Apparate sollten für Beobachtungsröhren bis zu 400 mm Länge eingerichtet sein, da, wie erwähnt, durch Benutzung längerer

Röhren die unvermeidlichen Beobachtungsfehler um so geringer werden. Für Massenuntersuchungen von Stoffen ungefähr gleichen Zuckergehaltes (also z. B. von Rüben oder von Rohzuckern) sind natürlich Apparate mit beschränkter Skala vorteilhaft wegen der Möglichkeit genauerer Ablesung, sehr bequem sind in diesen Fällen auch Apparate mit sogenannter Vergrösserungskala, deren sicheres Funktionieren aber jederzeit durch eine daneben angebrachte direkte Ablesung kontrollierbar sein muss. In Bezug auf die optische Einrichtung ist der Lippich'sche Polarisator vor dem von Jellet-Cornu wegen seiner höheren Empfindlichkeit vorzuziehen, die Quarzkeile sollten nicht mit Kitt gefasst, sondern spannungsfrei befestigt sein, da schon ein geringer Druck auf die Quarzkeile (z. B. infolge Temperaturwechsels) nach den Untersuchungen Herzfelds *(Vereinszeitschr. 1899, 1)* merkliche Fehler um mehrere Zehntel Grade verursacht. Sehr vorteilhaft ist es, wenn die Keilkompensation gegen äussere Einflüsse durch eine allseitig schliessende Schutzkappe geschützt ist. Die Skalen werden neuerdings nur noch aus Nickelin gefertigt, da Elfenbein unter Wirkung von Feuchtigkeit und Wärme sich leicht verzieht und solche Skalen fortwährend der Korrektur bedürfen. Das an sich am vorteilhaftesten erscheinende Einritzen der Skala auf den Kompensatorkeilen selbst beeinträchtigt die Klarheit des optischen Bildes. — Auf viele andere Neuerungen von geringerer Bedeutung, wie Verbesserungen des äusseren Baues und der Ablesevorrichtungen, braucht wohl nicht eingegangen zu werden. Von grosser Wichtigkeit ist bekanntlich auch eine gleichmässige Beleuchtung des Gesichtsfeldes; für alle Arten von Beleuchtungsmitteln (Gas, Petroleum, Spiritus, Elektrizität) gibt es eine Anzahl bewährter Beleuchtungs-

apparate. Für ganz genaue Beobachtungen ist weisses Licht nur zulässig, wenn es zuvor durch eine 1,5 cm dicke Schicht einer 6 %igen Kaliumbichromat-Lösung in Wasser gereinigt ist.

Gleichfalls bekannt sind die Grundsätze für den Gebrauch des Polarisationsapparates, sodass nur die hauptsächlichsten, für die Praxis in Betracht kommenden Punkte hier zusammengestellt werden sollen. — Nachdem man die Beleuchtungsquelle so aufgestellt hat (und zwar 15—20 cm vom hinteren Ende des Apparates entfernt, um Erwärmung desselben zu verhüten), dass das Gesichtsfeld vollkommen gleichmässig erleuchtet ist, kontrolliert man den Nullpunkt des Apparates und korrigiert ihn bei Apparaten mit doppelter Keilkompensation durch Verschieben des Kontrollkeils, sodann kontrolliert man mit Hilfe einer Normalquarzplatte, die spannungsfrei gefasst sein soll, noch einen anderen, dem Hundertpunkt möglichst nahen Punkt der Skala. Weicht dieser auch unter Berücksichtigung der Korrektion des Nullpunktes von dem Wert der Quarzplatte ab, so muss die Differenz bei den späteren Untersuchungen je nach der Höhe der Ablesung in Rechnung gesetzt werden. Die Stellung des Apparates und der Lichtquelle, welche bei diesen Beobachtungen innegehalten war, muss für die Untersuchungen unverändert bewahrt bleiben. Als Beobachtungstemperatur soll die Normaltemperatur (17,5 oder 20°) möglichst innegehalten werden. In Zuckerfabriken ist dies meist nicht durchzuführen; es genügt dann zur Vermeidung gröberer Fehler, wenn man den Nullpunkt und den Hundertpunkt des Polarisationsapparates für die gewöhnlich herrschende mittlere Temperatur justiert, und zwar den Hundertpunkt in der Weise, dass man eine bei dieser mittleren Temperatur

eingestellte Lösung des Normalgewichtes an reiner Saccharose zu 100 wahren ccm benutzt. Die später zu untersuchenden Lösungen müssen dann annähernd bei der betreffenden Temperatur eingestellt und polarisiert werden. (Herzfeld, *Vereinszeitschr. 1899, 1.*) Für bei Normaltemperatur von 17,5 oder 20° justierte Polarisationsapparate, welche bei anderen Temperaturen für Lösungen benutzt werden, die bei Normaltemperatur eingestellt sind, kann man anderenfalls auch eine Korrektur der Ablesung für die beobachteten Temperaturunterschiede anwenden, deren Grösse verschieden angegeben wird. Nach Wiley *(Vereinszeitschr. 1899, 431; 1900, 823)* beträgt sie für Substanzen, welche annähernd 100° polarisieren, 0,03° für 1° C., welche für Temperaturen oberhalb der Normaltemperatur zu der Ablesung zu addieren, anderenfalls zu subtrahieren sind. Nach den neuesten Untersuchungen von Schönrock *(Vereinszeitschr. 1904, 521)* beträgt diese Korrektur dagegen 0,06° für jeden ° C., welchen die Temperatur des Apparates und der Lösung von der Normaltemperatur abweicht. Wenn man die Korrektur anbringen will, wird es daher für die Praxis am vorteilhaftesten und genügend genau sein, wenn man sie, dem Vorgange von Fr. Sachs *(Notes sur le Controle chimique)* folgend, mit 0,05° Polarisation für 1° C. ansetzt. Für Substanzen, welche wesentlich weniger als 100° polarisieren, würde man die Korrektur mit einem aequivalenten Teile in Rechnung stellen, also für 1° C. bei Polarisationen von 80° mit 0,4°, bei Polarisationen von 60° mit 0,3° usw. Für Polarisationen unterhalb 50° dürfte die Korrektur im allgemeinen so niedrig ausfallen, dass man sie vernachlässigen kann.

Beim Füllen der Röhren muss ihre Erwärmung durch die Hand vermieden werden. Die Vorschriften, welche für Klarheit

der Lösungen, Richtigkeit der Rohre und Deckgläser und das Verschliessen der Röhren gelten, wurden schon erwähnt. Damit die Verschlussköpfe gleichmässig angezogen werden, ist es vorteilhaft, entsprechende Marken auf ihnen und den Fassungen der Röhren einzuritzen; diese Marken benutzt man gleichzeitig, um der Röhre im Polarisationsapparate immer die gleiche Lage zu geben. Wendet man diese Vorsicht nicht an, so muss man das Rohr zwischen den einzelnen Ablesungen jedesmal drehen, um den Fehler auszugleichen, welcher durch mangelnde Parallelität der Endflächen des Rohres hervorgerufen werden kann. Man macht etwa 4 bis 6 Ablesungen, welche untereinander um höchstens 0,3° abweichen sollen und aus welchen man den Durchschnitt berechnet, stärker differierende Ablesungen werden für die Berechnung nicht verwendet.

e) Reinheit der Rübe.

Für die Beurteilung der Fabrikationsvorgänge ist von Wert die Kenntnis des Reinheitsquotienten, d. i. der Anteil von reinem Zucker in 100 Teilen der (scheinbaren oder wirklichen) Trockensubstanz $\left\{\frac{100 \text{ Zucker}}{\text{Trocken-Substanz}}\right\}$ in den Ausgangstoffen, Zwischen- und Endprodukten, der einen zahlenmässigen Ausdruck gibt für die zunehmende Reinigung des zuckerhaltigen Saftes in den einzelnen Stadien der Fabrikation. Je nachdem man den Reinheitsquotienten auf die wirkliche (durch Bestimmung des Wassergehaltes erhaltene) Trockensubstanz oder auf die scheinbare Trockensubstanz (spezifisches Gewicht, berechnet als Trockensubstanz einer reinen Zuckerlösung = Grade Brix) des Materials bezieht, unterscheidet man wahren und scheinbaren Reinheitsquotienten.

Nur der wahre Reinheitsquotient gibt natürlich einen exakten Anhalt für die Beurteilung der Fabrikation, aber für viele Zwecke der Praxis genügt schon die Kenntnis des scheinbaren Quotienten, der — unter gleichen Verhältnissen und in derselben Fabrik — in ziemlich bestimmter Beziehung zu dem wahren Quotienten steht und vor diesem den Vorteil hat, dass er viel schneller durch einfache Methoden feststellbar ist.

Von der Bestimmung der wahren Reinheit muss ganz abgesehen werden, solange die betreffenden Stoffe noch nicht durch den üblichen Fabrikationsvorgang alkalische Reaktion angenommen haben, weil die Wasserbestimmung der noch sauer reagierenden Stoffe durch fortschreitende Zersetzung beim Erhitzen keine konstanten Werte ergibt. Demgemäss kann es sich auch bei der Bestimmung der Reinheit des Rübenmaterials immer nur um eine Bestimmung der scheinbaren Reinheit handeln, und zwar um die des in der Rübe enthaltenen Saftes. Ob diese Bestimmung für die laufende Beurteilung des Fabrikationsvorganges, in diesem Falle also des Diffusionsvorganges, überhaupt viel Wert hat, kann fraglich erscheinen. Der Fabrikant kann viel schneller aus der viel einfacheren Reinheitsbestimmung des Diffusionssaftes ersehen, ob er ein mehr oder weniger gutes Rübenmaterial verarbeitet und danach seine Massnahmen für die weitere Behandlung des Rohsaftes treffen, dagegen ist es ausgeschlossen, durch Änderungen in dem Diffusionsverfahren den Einfluss eines schlechteren Rübenmaterials etwa auszugleichen, wenigstens wenn man die praktische Grenze der Auslaugung innehalten will und den Vorteil reinerer Säfte nicht durch höhere Verluste an in den Schnitzeln verbleibendem Zucker bezahlen will. Dagegen wird allerdings die Kenntnis der

Reinheit des ursprünglichen Rübensaftes von höchster Wichtigkeit sein, wenn man die Wirkung verschiedener Saftgewinnungsverfahren mit einander vergleichen will, zu welchem Zwecke man natürlich zuerst neben dem Zuckergehalt auch die Reinheit des verarbeiteten Ausgangsmaterials kennen muss.

Von früher her, als man den Zuckergehalt der Rübe nach der jetzt wohl allgemein verlassenen Methode bestimmte, dass Rübenbrei ausgepresst und der erhaltene Saft untersucht und sein Zuckergehalt unter der Annahme, dass 95 % (oder eine andere Menge = Saftfaktor) Saft in der Rübe enthalten sei, auf Zuckergehalt der Rübe umgerechnet wurde, ist diese sogen. „Presssaftmethode“ noch in vielen Fabriken für die Bestimmung der Reinheit der Rübe in Gebrauch. Nun ist doch aber allgemein anerkannt, dass je nach Feinheit des Breies, und Stärke und Dauer des ausgeübten Druckes die Pressmethode aus demselben Rübenmaterial einen Saft von ganz wechselnder Zusammensetzung und also auch von ganz verschiedener Reinheit liefert. Dieses Verfahren ist daher gänzlich wertlos und seine Anwendung bedeutet eine ganz unnütze Belastung des Laboratoriums. Wer glaubt, eine Bestimmung der Reinheit der Rübe als Mittel für die laufende Betriebskontrolle anwenden zu müssen, sollte sich daher entschliessen, diese Methode zu verlassen, und ein Verfahren wählen, das wissenschaftlich besser begründet ist.

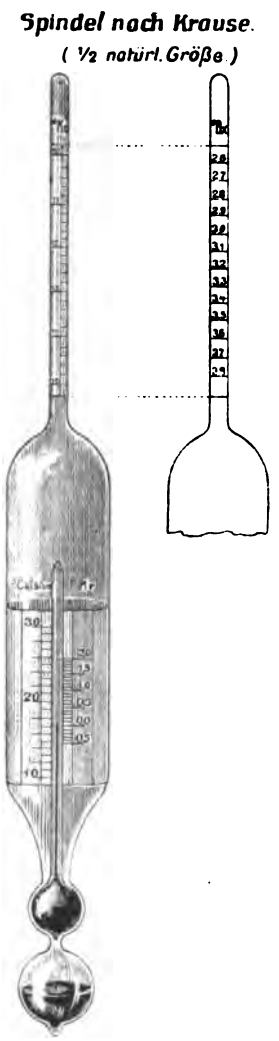
Ein solches Verfahren ist das von K. Krause, welches die Reinheit eines aus der Rübe unter Einhaltung bestimmter Bedingungen gewonnenen Digestionssaftes bestimmt. Nach den Vorschlägen von Herrmann *(Vereinszeitschr. 1903, 485)* verfährt man zur Erzielung gleichmässiger Ergebnisse am besten unter folgenden Bedingungen, die im wesentlichen mit der Vorschrift von A. Stift („Beschlüsse der im Dienste

der Zuckerindustrie tätigen österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker", Prag 1901) übereinstimmen.

Das 4-fache Normalgewicht (104,2 g) Rübenbrei, der auf einer gewöhnlichen Fleischhackmaschine gewonnen ist, wird in einem nach Mohr'schen ccm geeichten Digestionskolben mit Marke bei 402,8 ccm abgewogen oder verlustlos in diesen eingetragen, und der Kolben zu etwa $^3/_4$ seines Inhaltes mit siedendem Wasser (95—100°) aufgefüllt. Sodann digeriert man in einem geeigneten Wasser- oder Dampfbade insgesamt 30 Minuten, sodass der Inhalt auf 90° erhalten bleibt, und zwar zuerst 10 Minuten zur Entfernung der Luft aus dem Brei: der sich bildende Schaum wird dann durch einige Tropfen Äther unter langsamem Umschwenken des Kolbeninhaltes niedergeschlagen. Darauf füllt man mit Wasser von 95° soweit über die Marke auf, dass später, nach der Abkühlung, nur wenige ccm bis zur Marke fehlen, und digeriert weitere 20 Minuten bei 90°. Nun kühlt man ab, füllt bei Normaltemperatur mit Wasser bis zur Marke auf und giesst den Inhalt nach gründlichem Durchmischen durch ein feines Sieb. Der so erhaltene Saft wird unter Luftverdünnung entluftet und kommt dann zur weiteren Untersuchung. Sein Gehalt an scheinbarer Trockensubstanz wird bestimmt durch Spindelung mit den von Krause hierfür eigens konstruierten, sehr empfindlichen Spindeln, deren Skala einerseits den wirklichen Bx-Gehalt des gewonnenen Saftes, andererseits den auf die ursprüngliche Konzentration des Saftes der Rübe reduzierten Bx-Gehalt ablesen lässt. Ferner besitzen die Spindeln ein Thermometer und gleich eine Korrektionstabelle für die Reduzierung der Ablesung auf die Normaltemperatur von $17^1/_2$°; jedoch sollte man bei der grossen Empfindlichkeit der Spindeln die Ablesung möglichst bei Normal-

temperatur bewirken, weil die Korrektionen schon bei geringen Temperaturschwankungen ziemlich gross ausfallen. Der Zucker des Digestionssaftes wird bestimmt, indem man in einem $^{100}/_{110}$ Kölbchen 100 ccm davon abmisst, mit Bleiessig und Wasser bis auf 110 ccm auffüllt, nach einigem Stehen filtriert und das Filtrat zur Polarisation bringt. Da man das 4-fache Normalgewicht Rübenbrei auf 400 ccm Lösung gebracht hat, also das einfache Normalgewicht auf 100 ccm, würde die Lösung bei Beobachtung im 200 mm-Rohr direkt den ursprünglichen Zuckergehalt der Rübe ablesen lassen; da man aber zwecks Klärung die Lösung im Verhältnis 100 : 110 verdünnt hat, muss man die Ablesung um $^1/_{10}$ vergrössern, um den ursprünglichen Zuckergehalt zu erhalten. Aus Zuckergehalt und scheinbarer Trockensubstanz berechnet man in bekannter Weise den Reinheitsquotienten.

Fig. 27.



Die Einrichtung der Krause-Spindel nebst Vor- und Rückseite der Skala zeigt Fig. 27. Die Reduzierung der wirklichen Bx-Grade des verdünnten Saftes auf Kr.-Grade (d. i. scheinbare Trockensubstanz des ursprünglichen Saftes) beruht dabei auf folgenden Grund-

lagen *(Österr. Zeitschrift 1899, 486)*. Krause geht von der Annahme aus, dass 104,2 g Brei rund 100 g Saft und 4,2 g Mark enthalten. Angenommen, dieser Saft habe 11° Bx = 1,044 spez. Gew., so nehmen 100 g einen Raum von $\frac{100}{1{,}044} = 95{,}757$ ccm ein. 100 g = 95,757 ccm Saft werden in dem 402,8 ccm-Kolben (da das Mark 2,8 ccm einnimmt) auf 400 ccm aufgefüllt, wozu 400 — 95,757 = 304,243 g Wasser nötig sind. Die verdünnte Lösung hat dann ein spezifisches Gewicht von $\frac{100 + 304{,}24}{400} = 1{,}0106 = 2{,}715$° Bx. Die Polarisation hat man nun auf 26,048 g Brei = 25 g Saft bestimmt, man müsste sie also auf das Normalgewicht Saft umrechnen nach dem Ansatz

$$26{,}048 : 25 = x : P$$
$$x = 1{,}0419\ P$$

um Polarisation und scheinbare Trockensubstanz in Beziehung setzen zu können; Krause erschien es jedoch zweckmässiger, die Spindelanzeige auf 26,048 g Saft zu beziehen, und es entsprechen daher 2,715 . 1,0419 = 2,8288° Bx des nach der Krause'schen Methode gewonnenen Saftes einer ursprünglichen Konzentration des Saftes von 11,0 Bx. Auf gleiche Weise wurde jeder Grad berechnet.

Die Krause'sche Methode liefert nach den Untersuchungen verschiedener Autoren nur dann übereinstimmende Ergebnisse, wenn die Bedingungen der Arbeitsweise, besonders in Bezug auf Temperatur und Dauer der Digestion genau innegehalten werden. Unter dieser Voraussetzung gibt dann aber nach den Untersuchungen von Herrmann das Verfahren auch Werte, die der Reinheit des in der Rübe enthaltenen Saftes vollständig korrespondieren. Für den praktischen

Gebrauch wird man etwa Schwankungen von 5° bei der Digestionstemperatur und 5 Minuten in der Digestionsdauer ohne grossen Schaden zulassen können.

f) Invert-Zucker.

Für den Fall, dass hohe unbestimmbare Verluste in der Diffusion festgestellt werden, kann die Bestimmung des Invertzuckergehaltes der eingeführten Schnitzel und dessen Vergleich mit dem Invertzuckergehalt des Diffusionssaftes notwendig werden.

Für die Bestimmung von Invertzucker unterscheidet man gewichtsanalytische und massanalytische Methoden, deren Grundlagen als bekannt vorausgesetzt werden müssen. Die für die Bestimmung des Invertzuckers in der Rübe von H. Claassen *(D. Z. 1893, 337)* ausgearbeitete Vorschrift benutzt die massanalytische Methode: 110 g eines ziemlich feinen Rübenbreies werden unter Zusatz von 10—15 ccm Bleiessig (um die Hauptmenge der auf Kupferlösung reduzierend wirkenden Nichtzuckerstoffe zu fällen) und 2 g gefälltem kohlensauren Kalk (um die natürliche Säure abzustumpfen, die eine Inversion der vorhandenen Saccharose bewirken könnte) mit Wasser in einem $^1/_2$ l-Kolben eine Stunde bei ca. 90° digeriert. Nach dem Abkühlen und Auffüllen zur Marke wird die ziemlich klare, nur ganz schwach sauer reagierende Digestionsflüssigkeit abgegossen. 100 ccm davon werden durch Bleiessig im möglichst geringen Überschusse von dem Rest der Nichtzuckerstoffe befreit und mit Wasser auf 110 ccm aufgefüllt und filtriert, und 100 ccm dieses Filtrates vom überschüssigen Blei durch Zusatz von 10 %iger Sodalösung, bis kein Niederschlag mehr erfolgt, befreit, mit Wasser auf 200 ccm gebracht und wiederum filtriert

Von diesem Filtrat dienen 100 ccm, entsprechend 10 g Rübenbrei, zur Titration mittels Fehling'scher Lösung, analog der von Volpert angegebenen Methode (*Vereinszeitschr. 1890, 192*).

Hierzu sind folgende Lösungen nötig:

a) Fehling'sche Lösung nach Soxleth

I. 34,639 g durch Umkristallisieren gereinigtes Kupfersulfat werden mit destilliertem Wasser zu 500 ccm gelöst.

II. 173 g kristallisiertes Seignette-Salz (weinsaures Kalium-Natrium) werden in 400 ccm destilliertem Wasser gelöst und eine Lösung von 50 g reinstem Natronhydrat zu 100 ccm hinzugefügt.

Für den Gebrauch werden gleiche Raumteile der Lösungen I und II in der erforderlichen Menge jedesmal frisch gemischt.

b) Invertzucker-Lösung (0,2 g Invertzucker in 100 ccm enthaltend). 9,5 g reinster Rohrzucker werden in einem 100 ccm-Kölbchen mit ca. 75 ccm Wasser gelöst und in der bekannten Weise invertiert, indem 5 ccm reine Salzsäure von 1,18 spez. Gew. hinzugefügt werden und die Mischung in einem Wasserbad von 67—70 ° C. binnen höchstens 3 Minuten auf 67 ° angewärmt und dann noch 5 Minuten auf 67—70 ° erhalten wird. Man kühlt dann sofort ab, füllt zur Marke auf und schüttelt tüchtig durch. 20 ccm dieser 10 %igen Invertzuckerlösung werden in einen Literkolben pipettiert, mit verdünnter Sodalösung neutralisiert und zu 1 l aufgefüllt. Die Lösung enthält dann also 2 g Invertzucker in 1 l.

Die Titration geschieht nunmehr in folgender Weise: Man bestimmt zuerst den Titer der Fehling'schen Lösung, indem man zu einem Gemisch von 10 ccm Fehling'scher

Lösung (die natürlich mit einer Pipette genau abgemessen sein müssen) mit einer Lösung von 1,5 g reinem Zucker in 100 ccm Wasser (annähernd entsprechend dem Zuckergehalte von 10 g Rüben), welches zum Kochen erhitzt ist, solange die erwähnte 0,2 %ige Invertzuckerlösung zufliessen lässt, bis die Flüssigkeit fast entfärbt ist, und dann noch 2 Minuten aufkocht. Nun entnimmt man eine kleine Probe der über dem Kupferoxydul-Niederschlag stehenden Flüssigkeit und prüft sie nach dem Ansäuern mit Essigsäure durch Zusatz einiger Tropfen einer Lösung von gelbem Blutlaugensalz auf Kupfer; entsteht eine dunkle Rotfärbung, so ist noch etwas mehr Kupfer, entsteht nur eine Rosafärbung, so sind nur noch Spuren von Kupfer vorhanden. Am besten geschieht die Prüfung durch Tupfreaktion auf Porzellanplatten, Fliesspapier oder dem Tupfreaktionspapier von Schleicher & Schüll. Die Versuche unter Zusatz von Invertzuckerlösung werden so oft wiederholt, bis die überstehende Flüssigkeit kein Kupfer mehr enthält, das Mittel zwischen dieser und der vorhergehenden Ablesung gibt den Verbrauch an Invertzucker an. — Nunmehr werden 100 ccm der obengenannten, den Invertzucker von 10 g Rübenbrei enthaltenden Lösung mit 10 ccm der eingestellten Fehling'schen Lösung 2 Minuten aufgekocht und der Überschuss letzterer in der angegebenen Weise mit 0,2 %iger Invertzuckerlösung bis zur vollständigen Entfernung des Kupfers zurücktitriert. Die Differenz zwischen dem Verbrauche in ccm an Invertzuckerlösung für die Titerstellung und dem Verbrauche für die Rücktitrierung, mit 0,002 multipliziert, gibt die Menge Invertzucker in 10 g Rübenbrei in g an, letztere also mit 10 multipliziert den Prozentgehalt des Rübenbreies an Invertzucker.

2. Gewonnener Zucker.

Die Menge des gewonnenen Zuckers wird bestimmt durch Messung des gewonnenen Diffusionssaftes, Reduzierung seiner Raummenge unter Berücksichtigung der Temperatur und des spezifischen Gewichtes auf Gewichtsmenge und Zuckerbestimmung in einer Durchschnittsprobe des Diffusionssaftes.

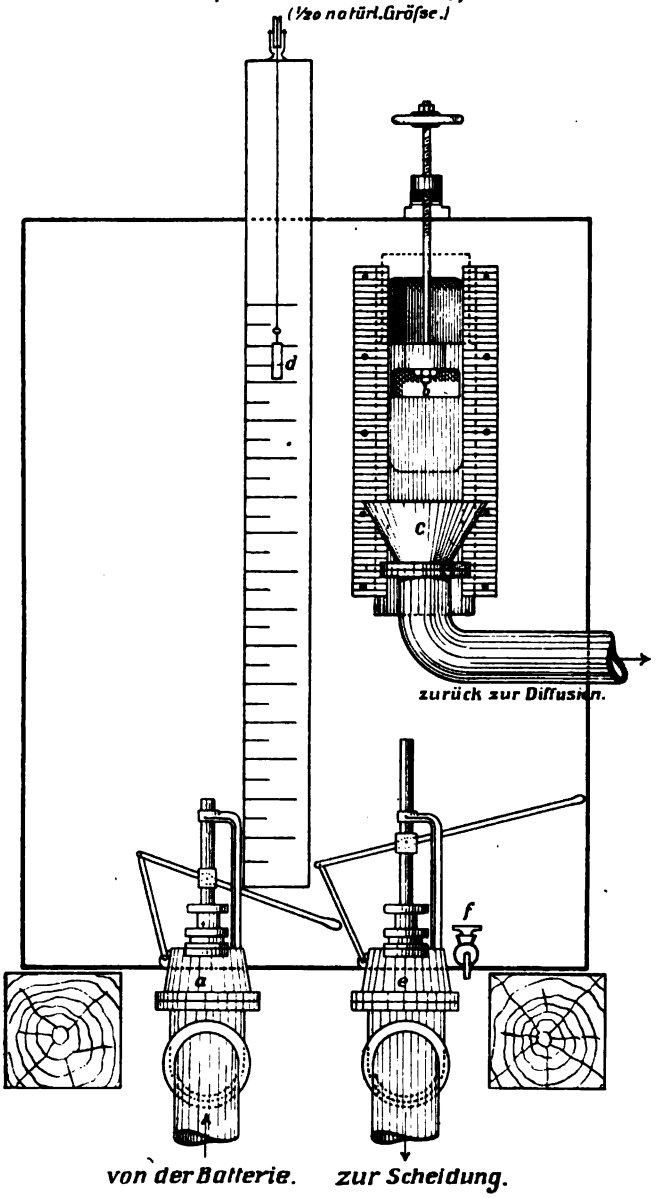
a) Messung des Saftes.

Die Grundsätze für die Messung des Saftes wurden bereits erörtert: Die Messung in den Vorwärmern ist als ungenau zu verwerfen, diese muss vielmehr in besonderen Messkästen mit Überlauf geschehen.

Einen Messkasten von der im I. Teil empfohlenen Einrichtung zeigt Fig. 28. Durch den mittels Hebel betätigten Schieber *a* tritt der Saft ein und füllt das Gefäss bis zum unteren Rand des verstellbaren Schlitzes *b*. Der überlaufende Saft wird durch den Trichter *c* gesammelt und zu einem tiefer stehenden Sammelkasten geführt, der von Zeit zu Zeit in einen halb gefüllten Diffuseur entleert wird. Sobald der Saft überzulaufen beginnt (durch Beobachtung des Schwimmers *d* kann erkannt werden, wann dieser Zeitpunkt herannaht), wird sofort der Zulaufschieber geschlossen und der Ablaufschieber *e* kann geöffnet werden. Ein kleiner Probierhahn *f* am Boden des Gefässes dient zur Prüfung, ob dieses leergelaufen ist, sowie zur Entnahme von Saftproben. Der Pülpefänger wird am besten vor dem Messkasten einge-

Fig. 28.

Meſskasten mit Überlauf; Ansicht.
(1/20 natürl. Größe.)

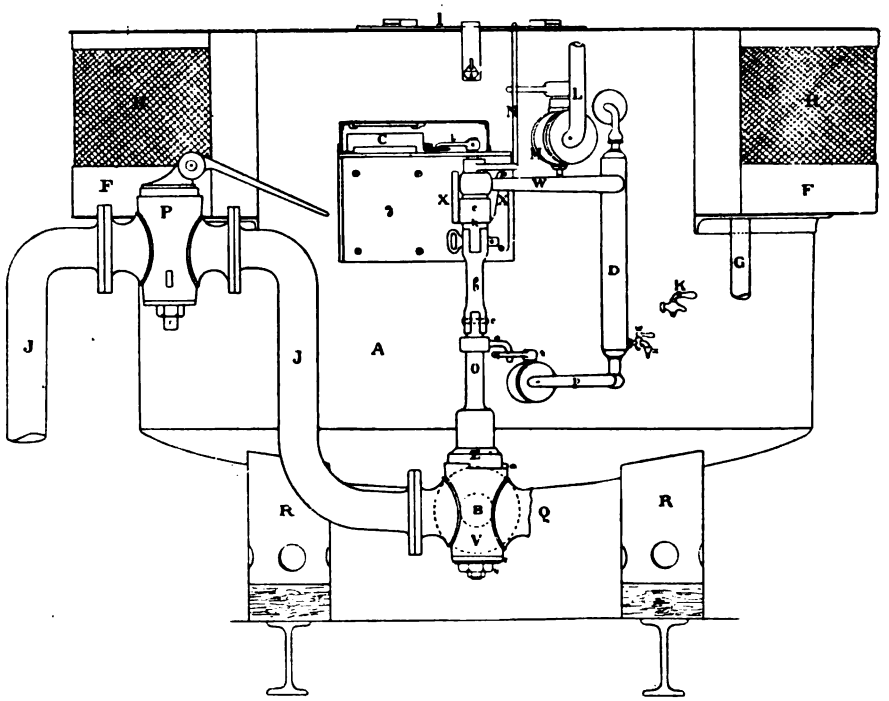


schaltet, man kann aber auch den Messkasten selbst als Pülpefänger ausgestalten, etwa durch ein eingebautes Drahtsieb, welches nach jedem Umlauf der Batterie in der Weise gereinigt wird, dass man den Kasten etwa $^1/_3$ voll Saft drückt, diesen dann in einen zur Hälfte gefüllten Diffuseur zurücklaufen lässt, wobei die auf dem Boden des Messkastens abgelagerte Pülpe mitgerissen wird, und das Sieb und den Boden des Messkastens durch Abspritzen mit einem kräftigen Wasserstrahl reinigt. Der Überlauf des Kastens kann je nach der Saftmenge, welche man abziehen will, verstellt werden. Eine Kontrolle dafür, dass die Höhe des Saftabzuges gleichmässig inne gehalten wird und der Kasten immer vollständig leerläuft, gewährt es, wenn man den bekannten Kontrollapparat von Rassmus durch einen Schwimmer mit dem Saftspiegel des Messkastens in Verbindung setzt. Die Berge und Täler der Kurve, welche der Apparat aufzeichnet, müssen dann von gleichmässiger Höhe bleiben, gleichzeitig zählt der Apparat an dem mit ihm verbundenen Zähler die Zahl der gefüllten und entleerten Messkästen.

Gleichfalls nach dem Prinzip des Überlaufes ist der amtliche belgische Messapparat für den Diffusionssaft gebaut, welchen Fig. 29 in der Ansicht und Fig. 30 im Querschnitt wiedergibt. Der Saft tritt durch das Rohr *J*, den Dreiwegehahn *B* und den Stutzen *S* ein und füllt den Kasten, schliesslich über die beiden Seitenwände und die Hinterwand, welche niedriger sind als die Stirnwand, in eine Sammelrinne *F* überlaufend, aus welcher der überschüssige Saft durch die Leitung *G* wieder in die Batterie zurückkehrt. Zum Schutze gegen unbefugte Eingriffe ist der Rand der Rinne mit einem Gitter umgeben und das ganze Messgefäss durch einen auf dem Gitter ruhenden Deckel geschlossen.

Zur Abführung des Saftes dient gleichfalls der Stutzen *F*, welcher in diesem Falle durch den Dreiweghahn mit dem Abflussrohr *Q* in Verbindung gesetzt wird. Die Stellung des Hahnes geschieht durch den Hebel *W*, dessen Bewegungen durch ein Zählwerk *C* (eingeschlossen in die Metallkapsel *n*, siehe Querschnitt) registriert werden, welches somit die Zahl der Füllungen des Gefässes feststellt. *D* ist ein Standrohr

Fig. 29.



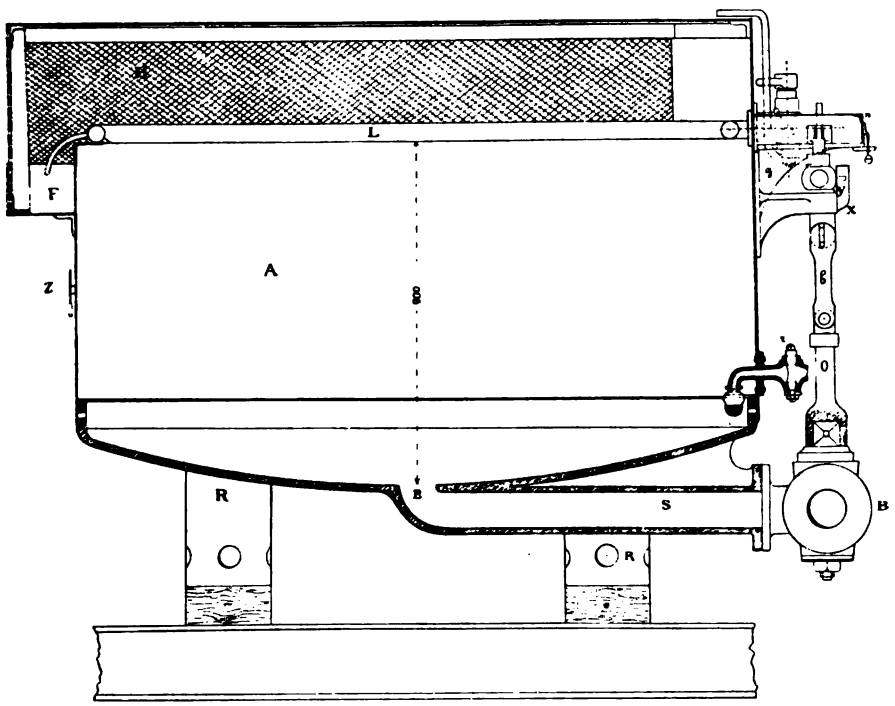
aus Metall, welches sich gleichzeitig mit dem Gefäss füllt und aus welchem durch den Hahn *w* eine Probe des Diffusionssaftes entnommen werden kann.

In einigen deutschen Fabriken steht als Messgefäss für den Diffusionssaft der selbsttätig wirkende Messapparat von

Janetzko (hergestellt von Zabel & Co., Quedlinburg) im Gebrauch, bei welchem der Zu- und Abfluss des Saftes durch einen Schwimmer reguliert wird. Der Apparat, welcher die Zahl der Wägungen zugleich registriert, soll gleichfalls sicher und genau messen.

Wie erwähnt, ist der Inhalt der Kästen durch Auswiegen mit Wasser und nicht durch Ausmessen zu bestimmen.

Fig. 30.



Es geschieht dies bei dem zuerst beschriebenen Messkasten etwa in der Art, dass man den Kasten erst bis zur höchsten Stellung des Überlaufes, deren Höhe genau gemessen wird, mit Wasser von der Normaltemperatur füllt und dann durch eine Schlauchleitung, die auf passende Weise, z. B. an dem

Einflussstutzen für den Saft, angeschlossen ist, das Wasser bis zur tiefsten Stellung des Überlaufes ablaufen lässt. Das Wasser fliesst in einen auf einer Dezimalwage stehenden tarierten Kasten und wird dort gewogen. Dann lässt man den Messkasten vollständig leerlaufen und wägt diese Wassermenge gleichfalls. Man hat dann sowohl den Inhalt des Kastens bis zum untersten Überlauf als auch für jedes cm oberhalb des Überlaufes festgestellt und kann danach eine Tabelle aufstellen, welche den Inhalt des Kastens für jede Höhe des Überlaufes erkennen lässt.

Um das Volumen des Saftes auf Gewicht oder um das Volumen auf Normaltemperatur umzurechnen, muss man ausser seinem spezifischen Gewichte seine mittlere Temperatur kennen. Da die Temperatur des einlaufenden Saftes sehr wechselt, beobachtet man die Temperatur des ablaufenden Saftes, da hier schon ein gewisser Ausgleich stattgefunden hat. Man bringt also an geeigneter Stelle der Abflussleitung ein Thermometer an, das man entweder häufig abliest oder das noch besser mit einer Registriervorrichtung verbunden ist. Zu letzterem Zwecke empfehlen sich die bekannten Stahlrohr-Quecksilberthermometer mit biegsamem Schaft (Fig. 31, siehe S. 255). Aus den Ablesungen oder den Aufzeichnungen des Bulletins wird dann die durchschnittliche Temperatur des Diffusionssaftes berechnet. Um von der analytisch bei Normaltemperatur festgestellten Dichte des Saftes auf die Dichte des Saftes bei der abgelesenen mittleren Temperatur zu kommen, bedient man sich der bekannten, von Fr. Sachs berechneten Tabellen.

— Tabelle 29 und 30 siehe Seite 253 und 254. —

Diese Tabellen dienen in der angegebenen Form ursprünglich zur Berichtigung der bei abweichenden Tem-

Tabelle 29.

Berichtigung von Brix-Graden auf die Normaltemperatur von 17,5 °.

Ablesungs-Temperatur	Abgelesene Grade Brix:												
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
	Von der Ablesung abzuziehen:												
0	0,17	0,30	0,41	0,52	0,62	0,72	0,82	0,92	0,98	1,11	1,22	1,25	1,29
5	0,23	0,30	0,37	0,44	0,52	0,59	0,65	0,72	0,75	0,80	0,88	0,91	0,94
10	0,20	0,26	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,50	0,54	0,58	0,61
11	0,18	0,23	0,26	0,28	0,31	0,34	0,36	0,39	0,41	0,43	0,47	0,50	0,53
12	0,16	0,20	0,22	0,24	0,26	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,40	0,42	0,46
13	0,14	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,33	0,35	0,39
14	0,12	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,21	0,22	0,22	0,23	0,26	0,28	0,32
15	0,09	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,16	0,17	0,19	0,21	0,25
16	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,16	0,18
17	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06
17,5	Der Ablesung zuzufügen:												
18	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
19	0,06	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08	0,06
20	0,11	0,14	0,15	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,18	0,15	0,11
21	0,16	0,20	0,22	0,24	0,24	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,22	0,18
22	0,21	0,26	0,29	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,34	0,32	0,29	0,25
23	0,27	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,39	0,40	0,42	0,39	0,36	0,33
24	0,32	0,38	0,41	0,43	0,44	0,46	0,46	0,47	0,47	0,50	0,46	0,43	0,40
25	0,37	0,44	0,47	0,49	0,51	0,53	0,54	0,55	0,55	0,58	0,54	0,51	0,48
26	0,43	0,50	0,54	0,56	0,58	0,60	0,61	0,62	0,62	0,66	0,62	0,58	0,55
27	0,49	0,57	0,61	0,63	0,65	0,68	0,68	0,69	0,70	0,74	0,70	0,65	0,62
28	0,56	0,64	0,68	0,70	0,72	0,76	0,76	0,78	0,78	0,82	0,78	0,72	0,70
29	0,63	0,71	0,75	0,78	0,79	0,84	0,84	0,86	0,86	0,90	0,86	0,80	0,78
30	0,70	0,78	0,82	0,87	0,87	0,92	0,92	0,94	0,94	0,98	0,94	0,88	0,86
35	1,10	1,17	1,22	1,24	1,30	1,32	1,33	1,35	1,36	1,39	1,34	1,27	1,25
40	1,50	1,61	1,67	1,71	1,73	1,79	1,79	1,80	1,82	1,83	1,78	1,69	1,65
50	—	2,65	2,71	2,74	2,78	2,80	2,80	2,80	2,80	2,79	2,70	2,56	2,51
60	—	3,87	3,88	3,88	3,88	3,88	3,83	3,88	3,90	3,82	3,70	3,43	3,41
70	—	5,17	5,18	5,20	5,14	5,13	5,10	5,08	5,06	4,90	4,72	4,47	4,35
80	—	—	6,62	6,59	6,54	6,46	6,38	6,30	6,26	6,06	5,82	5,50	5,33
90	—	—	8,26	8,16	8,06	7,97	7,83	7,71	7,58	7,30	6,96	6,58	6,37
100	—	—	10,01	9,87	9,72	9,56	9,39	9,21	9,03	8,64	8,22	7,76	7,42

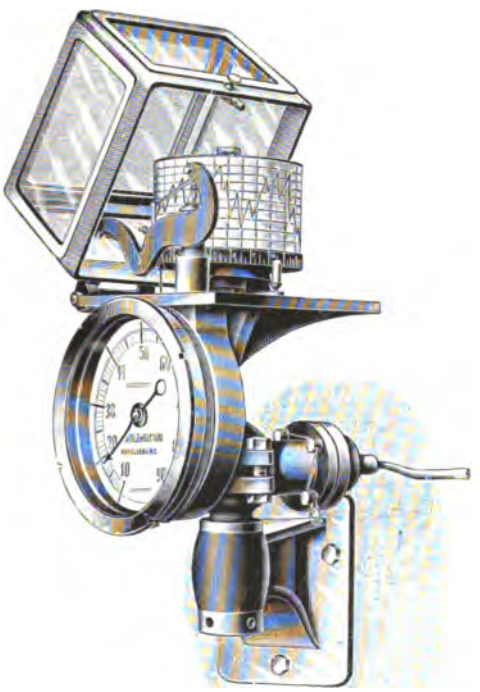
Tabelle 30.

Berichtigung von Brix-Graden auf die Normaltemperatur von 20°.

Ablesungs-Temperatur	Abgelesene Grade Brix:					
	0	10	20	30	50	75
	Von der Ablesung abzuziehen:					
10	0,30	0,44	0,54	0,62	0,68	0,72
11	0,29	0,41	0,50	0,56	0,62	0,65
12	0,27	0,37	0,45	0,51	0,55	0,57
13	0,25	0,33	0,40	0,45	0,48	0,50
14	0,22	0,29	0,35	0,39	0,42	0,43
15	0,19	0,25	0,30	0,33	0,35	0,36
16	0,16	0,20	0,24	0,27	0,28	0,29
17	0,12	0,16	0,19	0,20	0,21	0,22
18	0,08	0,11	0,13	0,14	0,14	0,15
19	0,04	0,05	0,06	0,07	0,07	0,07
20	Der Ablesung zuzufügen:					
21	0,05	0,06	0,06	0,07	0,08	0,07
22	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,14
23	0,15	0,18	0,20	0,21	0,23	0,22
24	0,21	0,25	0,27	0,28	0,30	0,29
25	0,27	0,31	0,34	0,35	0,38	0,36
26	0,33	0,38	0,41	0,43	0,46	0,44
27	0,39	0,45	0,48	0,51	0,54	0,51
28	0,45	0,52	0,56	0,58	0,62	0,58
29	0,52	0,59	0,64	0,66	0,70	0,66
30	0,59	0,67	0,72	0,75	0,78	0,73
35	1,0	1,1	1,1	1,2	1,2	1,1
40	1,4	1,5	1,6	1,6	1,7	1,5
50	2,3	2,5	2,6	2,6	2,6	2,4
60	3,6	3,9	3,9	3,9	3,8	3,7
70	4,9	5,2	5,1	4,9	4,9	4,4
80	6,5	6,6	6,5	6,4	6,1	5.3
90	8,1	8,2	8,1	7,8	7,3	6,4
100	9,7	10,0	9,7	9,4	8,6	7,4

peraturen gefundenen Spindlungen auf Grade Brix bei der Normaltemperatur. Will man umgekehrt (wie in diesem Falle) aus der Spindlung bei Normaltemperatur auf die Grade

Fig. 31.



Brix bei anderen Temperaturen schliessen, so gebraucht man die Tabelle einfach im umgekehrten Sinne, d. h. bei Temperaturen unterhalb der Normaltemperatur vergrössert man die bei Normaltemperatur gefundene Spindlung um den aus der Tabelle ersichtlichen Betrag, bei Temperaturen oberhalb der Normaltemperatur verkleinert man die Spindlung um diesen Betrag.

Beispiel: Die Untersuchung der Durchschnittsprobe des Diffusionssaftes ergab 14,0 Bx bei 17,5 ° C. Die mittlere Temperatur des aus dem Messkasten ablaufenden Saftes betrug 25 °. Tabelle 29 gibt für 25 ° eine Korrektur von 0,5 an, welche von 14,0 ° in Abzug zu bringen ist. Die Spindlung des Saftes betrug also bei 25 ° = 13,5 Bx.

Für den nach der Temperatur korrigierten Brix-Gehalt findet man das entsprechende spezifische Gewicht in den bekannten Tabellen von Scheibler-Mategzek für die Normaltemperatur = 17,5 ° C. oder der deutschen Normal-Eichungs-Kommission *(Vereinszeitschr. 1900, 1123)* für die Normaltemperatur = 20 ° C. Für 13,5 ° Bx ist z. B. das spezifische Gewicht = 1,0549 für eine Untersuchungstemperatur von 17,5 °.*)

Sehr vereinfacht wird die Mengenbestimmung des Diffusionssaftes, wenn man einen selbsttätigen Dichtemesser, z. B. nach Sistem Volquartz anwendet; letzterer ist in Fig. 32 und 33 dargestellt. Der Hauptteil des Apparates ist nichts anderes als eine grosse metallene Brixspindel, welche in einem gusseisernen Hohlkörper spielt und an deren Spitze sich ein Zeiger und eine Schreibfeder befinden. Der zu untersuchende Saft wird in die seitlich (rechts auf der Abbildung 32) angebrachte Vorlage geleitet, welche mit Sieb und Überlaufrohr zur Entfernung des Schaumes versehen ist. Aus der

---

*) Je nachdem in dem Fabrik-Laboratorium das spezifische Gewicht nach dem Mohr'schen Sistem $\frac{17.5^0}{17.5^0}$ oder nach dem metrischen Sistem $\frac{20^0}{4^0}$ bestimmt wird, ist es notwendig, die Messkästen nach dem entsprechenden Sistem zu eichen, d. h. sie in dem ersteren Falle mit Wasser von 17,5 ° auszuwiegen, im letzteren mit Wasser von 20 °, dessen Volumen auf Wasser von 4 ° umzurechnen wäre. Es braucht nicht besonders hervorgehoben zu werden, dass das erstere Sistem einfacher ist.

Vorlage gelangt der Saft durch ein Standrohr in den unteren Teil des Apparates, steigt von hier aus mit ganz geringer

Fig. 32.

und gleichmässiger Geschwindigkeit nach oben und fliesst dann über einen ringförmigen Überlauf in einen Seitenstutzen ab. Oben auf dem Apparat befinden sich in einem verschliessbaren Glaskasten eine emaillierte Skala (Fig. 33, links),

Fig. 33.

auf welcher der Zeiger der Brix-Spindel die jeweilige Saftdichte anzeigt, ein Glasthermometer in Metallfassung (in der

Mitte) und (rechts) eine emaillierte Korrektionsskala, welche angibt, wieviel Grade bei warmen Säften der augenblicklichen Spindlung zuzuzählen sind, um die Dichte bei Normaltemperatur zu erhalten. Ausserdem ist der Apparat mit einer, durch Uhrwerk getriebenen Trommel versehen, auf welcher Dichte und Temperatur des Saftes fortlaufend registriert werden.

Zur Kontrolle der Diffusionsarbeit bringt man den Apparat so an, dass keine Pülpe und möglichst wenig Schaum in ihn eintreten kann, also z. B. an einem Stutzen, der von dem Ablaufrohr der Messkästen abzweigt, und lässt den Saft ununterbrochen in die Vorlage fliessen, während der Ablaufstutzen auf irgend eine Weise mit der Scheidung oder Saturation verbunden wird. Wie leicht ersichtlich, berechnet man aus den Angaben der Kurve über die Dichte des warmen Saftes direkt den Durchschnitt, der zur Umrechnung des Volumens des Saftes auf sein Gewicht dient. Die Angaben der Temperaturkurve sind für die Rechnung nicht nötig, sie sind aber insofern von Wert, als sie den Vergleich der im Laboratorium gefundenen Dichte der Durchschnittsprobe des Saftes mit den Angaben des Apparates ermöglichen, und auf diese Weise die Richtigkeit des letzteren fortwährend kontrolliert werden kann.

In entsprechender Weise kann man das Barcoskop von Divis anwenden *(Vereinszeitschr. 1893, 555)*.

b) Probenahme und Aufbewahrung des Diffusionssaftes.

Diffusionssaft ist, besonders in der Wärme, bei Zutritt von Luft und wenn nicht die grösste Sauberkeit beobachtet wird, ziemlich leicht zersetzlich, bei seiner Probenahme muss also ganz besonders darauf geachtet werden, dass keinerlei

Zersetzung eintreten kann, weil sonst die ganze Kontrolle der Diffusionsverluste unrichtig und wertlos wird. Um die Zersetzung zu verhindern, hat man den Zusatz verschiedener konservierender Mittel empfohlen, wie Bleiessig, Sublimat, Formaldehyd, Chloroform, Schwefelkohlenstoff u. a. Nach Versuchen von Herrmann *(Centralblatt 1903/04, 701; 1904/05, 771)* kommt eine sichere Wirkung hierbei nur dem Bleiessig zu, vielleicht auch dem Sublimat in Dosen von über 0,1 bis 0,2 %, was mit den Beobachtungen von Courtonne stimmen würde, nach welchem 0,2 % vollkommen konservierend wirkt. Beide Mittel haben aber ihre Übelstände: Bleiessig muss in abgemessenem Volumen zu einem gemessenen Volumen Saft gesetzt werden, verhindert aber natürlich die Bestimmung des spezifischen Gewichtes, Sublimat beeinflusst gleichfalls das spezifische Gewicht und kann als gefährliches Gift niemals Laboratoriumsdienern oder Arbeitern in die Hand gegeben werden. Das einfachste Mittel gegen Zersetzung des Diffusionssaftes ist innerhalb nicht zu langer Zeiträume (1—2 Stunden) peinliche Sauberkeit bei der Probenahme und Aufbewahrung.

Diese Grundsätze müssen bei der Probenahme beobachtet werden, die im übrigen sehr verschieden gestaltet werden kann. In jedem Fall kommt es darauf an, bereits aus dem einzelnen Messkasten, der in seinen verschiedenen Zonen Saft von ganz verschiedener Dichte enthält, eine dem Durchschnitt entsprechende Probe zu entnehmen. Nicht vorteilhaft ist es, als solche etwa den Inhalt zufällig vorhandener Saftstandgläser zu benutzen, da diese durch Schaum leicht verschmutzen und schwer zu reinigen sind, der hier entnommene Saft also meist infiziert ist. Pellet schlägt vor, die Probe aus der ganzen Höhe des Messkastens mittels einer Art Probestecher zu entnehmen, der aus einem Rohr von ent-

sprechender Länge besteht, das an einem Ende offen, am anderen durch einen Hahn verschliessbar ist. Das Rohr wird mit dem offenen Ende, indem gleichzeitig der obere Hahn offen ist, in den Kasten gestossen, dann wird der Hahn geschlossen, das Rohr herausgezogen und in ein Sammelgefäss entleert. Am einfachsten und sichersten erhält man eine Durchschnittsprobe des ganzen Messkastens, wenn man an seinem Boden, in der Nähe der Abflussleitung (siehe Fig. 28, S. 248), einen kleinen Hahn anbringt, aus welchem man während der ganzen Zeit, in welcher der Inhalt des Messkastens zur Scheidepfanne abläuft, eine Probe des Saftes ausfliessen lässt. Diese Einzelproben des Messkastens werden dann zu Durchschnittsproben vereinigt. Entweder man gibt kleine Anteile der gut gemischten Einzelproben in eine verschlossene Flasche von entsprechender Grösse, also z. B. jedesmal 50 ccm in eine Flasche von etwa 2 l, wenn man mit 40 Messkästen zu rechnen hat, welche 0,2 % = 4 g Sublimat in Form von Sublimatpastillen oder als 10 %ige alkoholische Lösung enthält, und schwenkt nach jedem Zusatz die Flasche tüchtig um; nach 2 oder 4 Stunden kommt der Inhalt der Flasche zur Untersuchung. Oder man misst jedesmal 100 ccm der gemischten Einzelprobe in einem 100/110 ccm-Kölbchen ab, gibt Bleiessig bis zur zweiten Marke hinzu und filtriert die aufgesammelten Proben in bestimmten Zeiträumen gemeinsam durch ein grosses Filter. Man kann auch eine gemessene, entsprechend grosse Menge Bleiessig in die Vorratsflasche bringen, also z. B. 400 ccm in eine Flasche von ca. 5 l Inhalt, und gibt dann eine bestimmte Zahl von Einzelproben, also in diesem Falle 40 zu je 100 ccm dazu. Da es ausgeschlossen ist, dass der Chemiker selbst diese Probenahme vornimmt, so muss man natürlich in den beiden letzten Fällen über vertrauenswürdige und

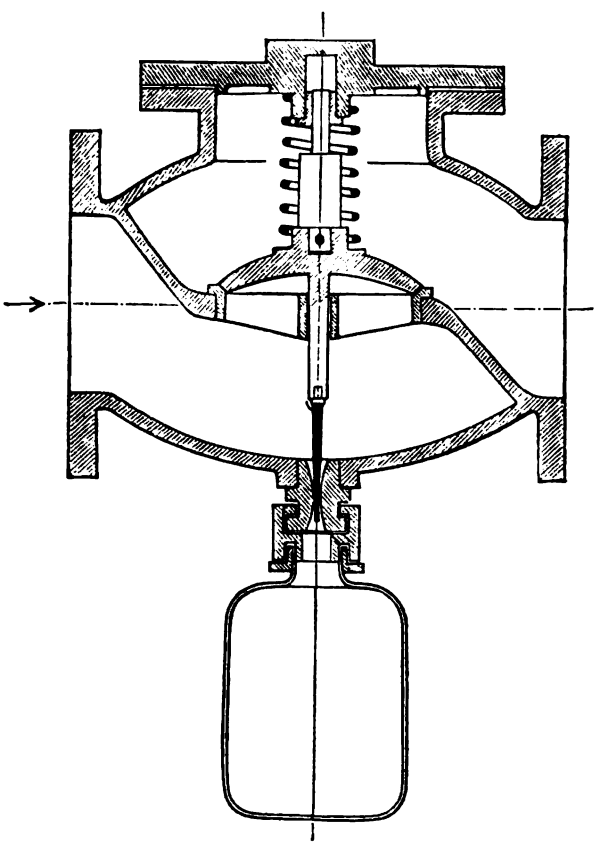
genügend geschulte Arbeiter an den Messkästen verfügen, denen man diese Probenahme anvertrauen darf.

Am vorteilhaftesten könnte eine ununterbrochene, automatische Probenahme des Diffusionssaftes, etwa aus der Abflussleitung zur Scheidepfanne, erscheinen, die z. B. einfach durch ein kleines Probehähnchen zu bewerkstelligen wäre, aus welchem ununterbrochen der Saft in dünnem Strahle in ein Sammelgefäss fliesst oder tropft. Auch hat man besondere Vorrichtungen, kleine Probe-Pumpen oder rotierende Probehähne und dergleichen, konstruiert, welche ununterbrochen Proben des Saftes entnehmen und in ein Sammelgefäss bringen. Solche Probenehmer beschreiben Pawlowski *(Centralblatt 1903/04, 85)*, Weiss *(Böhm. Zeitschr. 1902/03, 690)*, Kaminski *(Centralblatt 1903/04, 858)*. Letztere Vorrichtung (Fig. 34) hat vor anderen den Vorzug, sich nicht zu verstopfen, da in dem ventilartigen Stück, welches man in die Saftleitung einschaltet, die Ausflussöffnung für die Saftprobe, welche während des Durchflusses von Saft geöffnet ist, beim Aufhören des Saftstromes durch die mit dem Ventil verbundene Spindel selbsttätig gereinigt und zugleich verschlossen wird.

Aber die Erfahrungen der Praxis (Claassen, *Centralblatt 1902/03, 79*; Brendel, *ebenda 1903/04, 903*) haben gezeigt, dass solche kontinuierlich entnommenen Proben besonders leicht zur Zersetzung neigen, vermutlich weil gelegentlich in Gährung geratener Schaum und Stücke des bekannten schleimigen Ansatzes, der sich in den Messkästen und Rohrleitungen bildet, in das Sammelgefäss geraten und dort, da auf diese Weise unverhältnismässig grosse Mengen Gährungserreger auf eine ziemlich kleine Menge Saft einwirken, eine schnelle Zerstörung von Zucker einleiten.

Aus diesem Grunde, und weil die anderen, weiter oben genannten Arten der ununterbrochenen Probenahme „von Hand“ gleichfalls ihre Unzuträglichkeiten haben, ist man in Dormagen zu einer Probenahme übergegangen, welche im Grundsatz auf der Entnahme von Einzelproben beruht und

Fig. 34.



sich seit längerer Zeit gut bewährt hat. (Claassen, a. a. O.) In bestimmten Abständen, also z. B. nach je 2 oder 4 Stunden, werden Einzelproben von je 1 oder 2 Messkästen

jeder Batterie in der oben geschilderten Weise entnommen, in einer Flasche vereinigt und nach dem Mischen sofort zur Untersuchung gebracht, sodass eine Zerstörung von Zucker vollkommen ausgeschlossen ist. Um nun festzustellen, ob die durchschnittlichen Ergebnisse dieser Einzeluntersuchungen dem wahren durchschnittlichen Zuckergehalte des gesamten Diffusionssaftes entsprechen, wird gleichzeitig ununterbrochen eine automatische Durchschnittsprobe entnommen, deren Spindlung in denselben Abständen festgestellt wird. Mit seltenen Ausnahmen stimmt die Spindlung der Durchschnittsprobe auf 0,1—0,2 ° Bx mit der Einzelprobe überein, wie z. B. folgende, willkürlich herausgegriffene Zahlen zeigen:

2. XI. 04. Einzelproben	12,8	12,75	12,4	13,0	13,3	13,0
Durchschnittsproben	12,65	12,6	12,4	13,1	13,0	13,1

und im Wochendurchschnitt gleichen sich diese geringen Unterschiede vollständig aus. Als Beweis mögen folgende Durchschnittsergebnisse der Kampagne 1903/04 dienen:

Woche	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	Durchschnitt
Einzelprobe	12,68	12,89	12.98	12,66	12.83	12,86	12.77	12,98	12,83
Durchschnittsprobe	12,66	13,04	12,97	12,67	12,75	12,80	12,70	12,93	12,82

Wenn nun der Bx-Gehalt der Durchschnittsproben vollständig der gleiche ist, wie der der Einzelproben, so wird natürlich der Zuckergehalt gleichfalls übereinstimmen; die bei den Durchschnittsproben nicht immer vermeidliche Zersetzung kann in diesem Falle das Ergebnis nicht schädlich beeinflussen, weil das spezifische Gewicht bei diesen geringen Veränderungen des Saftes sich nicht ändert.

Eine einfache Vorrichtung zur selbsttätigen Entnahme einer ununterbrochenen Probe ist in Fig. 35 skizziert. Die Röhrenleitung hinter dem Messkasten oder 1. Vorwärmer ist seitlich angebohrt und ein geeigneter Hahn von nicht zu

engem Querschnitt ($^3/_8$—$^1/_2$ ") eingesetzt. Der Hahn ist durch Gummischlauch und Glasrohr, das durch einen doppelt durchbohrten Kork führt, mit der Vorratsflasche in Verbindung gesetzt. Ein durch die andere Bohrung des Korkes geführtes Glasstück mit anschliessendem Schlauch dient zum Austritt der verdrängten Luft und als Überlauf für den Fall, dass die Flasche gefüllt ist. Man öffnet den Hahn soweit, dass der Saft lebhaft tropft oder in feinem Strahle herausläuft, und wählt das Sammelgefäss so gross, dass es vielleicht in 1 Stunde gefüllt ist; der Inhalt wird dann gemischt und, wenn 4stündige Dauer der Probenahme vorgesehen ist, jedesmal nach je 1 Stunde der vierte Teil in einer gleichen, verschlossen gehaltenen Flasche für die Untersuchung aufbewahrt, der Rest wird fortgegeben. Zur Konservierung kann in die zweite Sammelflasche etwas Sublimat gegeben werden. Der Probehahn soll in diesem wie in jedem anderen Falle einen geraden Durchgang haben, damit er leicht gereinigt werden kann.

Fig. 35.

Für jede Art der Diffusionssaftprobenahme ist Sauberkeit die Hauptbedingung. Die Gläser, in denen der Saft eventuell aufgefangen, und die Flaschen, in denen er gesammelt wird, müssen vollkommen rein sein und frei von den schmierigen Ansätzen, die sich beim Stehen des Diffusionssaftes in ihnen bilden. Bleiben Reste davon in den Flaschen zurück, so

tritt starke Zersetzung ein, während in sauberen Flaschen Diffusionssaft von der sogen. heissen Arbeit wenigstens 1 bis 2 Stunden sich unzersetzt hält. Ebenso müssen die Probehähne sauber gehalten, am besten von Zeit zu Zeit mit Kalkmilch ausgebürstet werden. In den wöchentlichen Arbeitspausen ist es ferner zu empfehlen, die so wie so nötige Reinigung der Messkästen oder Vorwärmer von dem anhaftenden Schlick durch Ausbürsten mit Kalkmilch zu vervollständigen.

c) Untersuchung.

Spezifisches Gewicht.

Die für die Untersuchung des spezifischen Gewichtes von Zuckerlösungen üblichen Methoden sind bekannt. Von den drei Methoden, welche in Betracht kommen, der Spindlung, der pyknometrischen Methode und der Bestimmung des Auftriebes durch die Mohr-Westphal'sche Waage ist die einfachste und schnellste für dünne Säfte die erstere, und den beiden anderen vorzuziehen; die immerhin etwas diffizilen Bestimmungen mittels der Westphal'schen Waage kämen höchstens in Betracht, wenn die zur Untersuchung vorliegende Saftmenge so gering wäre, dass sie für die Spindlung nicht ausreichte.

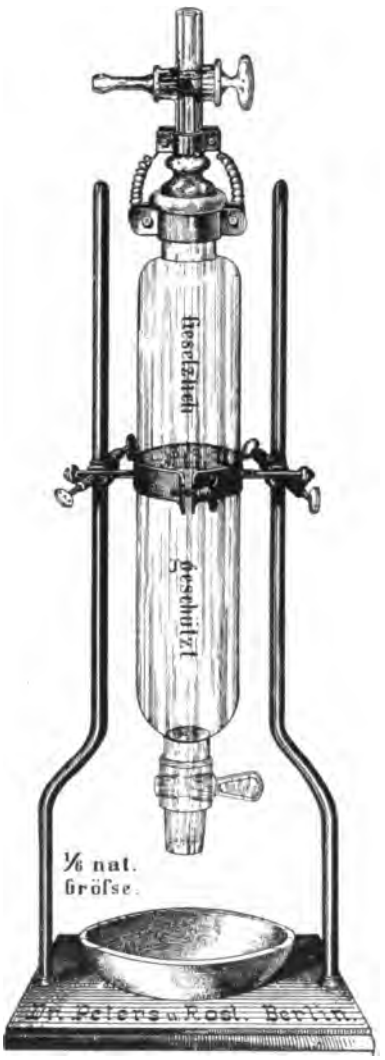
Die gebräuchlichen Spindeln sind bekanntlich empirisch geeicht nach Graden Brix, d. h. nach Prozenten Zucker in reinen Zuckerlösungen. Man wählt für den vorliegenden Zweck Spindeln, die in $^1/_{10}{}^0$ eingeteilt und mit Thermometer versehen sind. In Gebrauch sind in den Fabriklaboratorien bisher fast nur nach dem Mohr'schen Sistem $\frac{17{,}5^0}{17{,}5^0}$ justierte Spindeln, d. h. solche, die für eine Gebrauchstemperatur von

17,5 ° bestimmt und auf die Volumeneinheit von Wasser von 17,5 ° eingestellt sind. Ihre Beibehaltung gegenüber den nach dem metrischen Sistem $\frac{20°}{4°}$ geeichten Spindeln ist auch aus dem oben erwähnten Grunde zu empfehlen, dass es leichter ist, die in der Fabrik vorhandenen Messgefässe usw. nach dem Mohr'schen Sistem zu eichen, und weil das Mohr'sche Sistem grössere Bequemlichkeit bietet bei der Nachprüfung der gekauften Spindeln. Eine solche Nachprüfung darf in keinem Fall unterlassen werden, weil die käuflichen Spindeln doch zuweilen bedenkliche Abweichungen zeigen; sie kann in diesem Falle leicht geschehen, indem man die Spindeln an mindestens 2 Punkten bei 17,5 ° mit Raffinade-Lösungen von einem durch Polarisation oder pyknometrisch festgestellten Prozentgehalt Zucker prüft; die Anzahl an Graden Bx, die an der Spindel abgelesen werden, müssen dann mit dem prozentischen Zuckergehalt der Lösung übereinstimmen. Um mit den Spindeln immer genaue Ablesungen zu erzielen, ist es nötig, sie vollkommen sauber zu erhalten, ausserdem kann sich zuweilen eine erneute Kontrollierung bereits nachgeprüfter Spindeln als nötig erweisen.

Die Diffusionssäfte müssen für die Spindlung oder Abmessung zuvor von der Luft, die in ihnen in Gestalt vieler kleiner Bläschen enthalten ist, befreit werden. Dies geschieht z. B. in einer Flasche mit Abfluss am Boden, deren obere Öffnung mit der wohl in jedem Zuckerfabrikslaboratorium vorhandenen Luftleere-Leitung in Verbindung steht. Einen ähnlichen Apparat (Fig. 36) hat Brumme konstruiert. Dieser besteht aus einem Glaszylinder von ca. 2 l Inhalt und ist bequem und verstellbar auf einem eisernen Stativ montiert. Der obere Glashahn ist eingeschliffen und wird durch Spiral-

federn und Klemmen am Zylinder festgehalten; der untere Glashahn ist fest mit dem Apparat verbunden. Der obere

Fig. 36.



Hahn ist ein Zweiwegehahn und hat 2 Rohransätze, von denen der vertikale durch starkwandigen Gummischlauch mit der

Luftleere-Leitung in Verbindung gesetzt wird. Der horizontal stehende Rohransatz dient zum Einlassen von Luft oder von Auswaschflüssigkeit in den Zylinder. Das Einziehen des Rübensaftes geschieht durch den unteren Glashahn, der 10 mm l. W. hat, nachdem der Zylinder luftleer gemacht ist.

Die Spindlung des luftfreien Saftes geschieht in bekannter Weise in Zylindern, die so weit sind, dass zwischen Spindel und Wandung ringsherum mindestens 5 mm Spielraum bleiben, indem man die Spindel langsam einsenkt, sodass der Stengel oberhalb des Ablesungspunktes nicht benetzt wird. Der Zylinder muss genau senkrecht stehen, damit die Spindel nicht an den Wandungen festhafte, und man bedient sich dazu eines Stelltischchens, das man z. B. einfach aus einer Blindscheibe von 200 mm Durchmesser herstellt, indem man am Umfang 3 Kopfschrauben hindurchführt. Der Zylinder soll zur Erleichterung der Ablesung so weit mit Saft gefüllt werden, dass dieser beim Einsenken der Spindel überfliesst, sodass oberer Rand des Zylinders, Oberfläche der Flüssigkeit und Ablesungspunkt in einer Ebene liegen. Sodann liest man an dem Thermometer der Spindel die Temperatur des Saftes ab und berichtigt nach dieser die Spindelablesung unter Benutzung der Sachs'schen Tabellen (siehe S. 253 und 254).

Zucker.

Die Zuckerbestimmung des Diffusionssaftes geschieht in der Regel nach der Maassmethode. 100 ccm Saft werden in einem Kölbchen mit Marke bei 100 und 110 ccm abgemessen, mit soviel Bleiessig, wie zur vollständigen Klärung gehört, und Wasser bis auf 110 ccm aufgefüllt und mindestens 10 Minuten stehen gelassen, damit die Ausfällung der Nichtzuckerstoffe vollständig beendigt werde, die sich durch schnelles

und klares Filtrieren zu erkennen gibt. Das Filtrat wird im 200 mm-Rohr polarisiert und der Zuckergehalt aus den bekannten Schmitz'schen Tabellen abgelesen, die für jede Spindlung des Saftes und Polarisation unter den angegebenen Verhältnissen den Zuckergehalt anzeigen.

Genügen, wie es vorkommt, 10 ccm Bleiessig nicht zur völligen Ausfällung aller in 100 ccm Saft enthaltenen Nichtzuckerstoffe oder zieht man aus anderen Gründen die Gewichts-Methode vor, so wird z. B. das doppelte Normalgewicht in einer Messingschale abgewogen und verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen gespült, das mit der erforderlichen Menge Bleiessig und Wasser zur Marke aufgefüllt wird. Das Filtrat zeigt dann im 200 mm-Rohr das Doppelte des Zuckergehaltes des Saftes an.

Reinheitsquotient.

Das Hundertfache des Zuckergehaltes, dividiert durch die Spindlung, gibt den Reinheitsquotienten an. Der Reinheitsquotient ist aber in diesem Falle nicht der „wirkliche" oder „wahre", sondern ein „scheinbarer", da man durch die Spindlung des Saftes nicht die wahre, sondern nur die scheinbare Trockensubstanz des Saftes bestimmt hat, denn natürlich beeinflussen die im Saft enthaltenen Nichtzuckerstoffe das spezifische Gewicht desselben in anderer Weise als der Zucker. Die scheinbare Trockensubstanz ist immer höher als die wahre, durch Austrocknen erhaltene, demgemäss auch der scheinbare Quotient niedriger als der wahre. Regelmässige Beziehungen zwischen der Grösse des scheinbaren und des wahren Quotienten lassen sich, wie noch ausführlicher zu erörtern sein wird, nicht aufstellen, doch ist meist in derselben Fabrik und bei demselben Rübenmaterial die

Differenz eine ziemlich konstante, sodass man sich mit selteneren Bestimmungen der wahren Reinheit begnügen kann und bei der grossen Masse der laufenden Betriebsuntersuchungen nur den scheinbaren Quotienten zu bestimmen braucht. Für die Diffusions- und ebenso die Dünnsäfte ist überhaupt die Kenntnis der wahren Reinheit von verhältnismässig geringem Wert; die reinigende Wirkung der Scheidung und Saturation kann man mit genügender Genauigkeit schon nach der Differenz zwischen den scheinbaren Reinheiten des Diffusionssaftes und des Dünnsaftes beurteilen. Will man aber doch die wahre Reinheit des Diffusionssaftes bestimmen, so muss man durch Austrocknung nach der beim Dünnsaft zu beschreibenden Methode die wahre Trockensubstanz des Diffusionssaftes feststellen. Bei der sauren Beschaffenheit des Diffusionssaftes soll die Trocknung nur unter Luftleere geschehen, um Zersetzungen und daraus hervorgehenden Veränderungen des Wassergehaltes möglichst vorzubeugen.

Säure.

Wenn bei der Verarbeitung aussergewöhnlich hohe unbestimmbare Verluste auftreten und man Veranlassung hat, diese in einer vermehrten Invertzuckerbildung während der Diffusion zu suchen, so kann es von Wert sein, den Säuregehalt des Diffusionssaftes zu bestimmen, da dessen Erhöhung zugleich ein Grund für die Vermehrung des Invertzuckers sein und andrerseits eine starke Säurebildung als Folge der Zerstörung von Zucker auftreten kann.

Für die Bestimmung der Säure macht Claassen *(Vereinszeitschr. 1891, 231)* den Vorschlag, 100 ccm Saft, eventuell mit Wasser verdünnt, unter Zusatz von Phenolphtalein als Indikator mit $^1/_4$-Normal-Natronlauge bis zur beginnenden

Rötung zu titrieren und den Untersuchungsbefund einfach durch die Zahl der verbrauchten ccm Normal-Natronlauge auf 100 ccm Diffusionssaft auszudrücken, da eine Umrechnung auf bestimmte organische Säuren keinen Wert hat.

Da in den trüben und gefärbten Diffusionssäften zuweilen der Farbenumschlag nur schwer zu erkennen ist, hat Bruhns *(Centralblatt 1897/98, 155)* vorgeschlagen, den Saft zuvor durch neutrales Bleiacetat zu klären. Herme benutzt zu dem gleichen Zwecke Bleinitrat, entbleit die geklärte Lösung mit Natriumsulfat und nimmt ihr die letzte Spur von Färbung mit Tierkohle *(Circ. Hebd. 1905, Nr. 824)*.

Zahlenangaben über die Höhe des Säuregehaltes siehe Seite 114.

Invertzucker.

Die Invertzuckerbestimmung im Diffusionssafte geschieht nach Claassen *(Vereinszeitschr. 1891, 231)* analog seiner Invertzuckerbestimmung im Rübenbrei (siehe Seite 244). 100 ccm Saft werden im 100 ccm-Kölbchen mit Bleiessig und Wasser auf 110 ccm aufgefüllt und von dem Filtrat 55 ccm in einem 250 ccm-Kolben entbleit. Nach dem Auffüllen mit Wasser zur Marke und Filtrieren kommen 50 ccm des entbleiten Filtrates = 10 ccm des ursprünglichen Saftes zur Untersuchung in der beschriebenen Weise, indem mit 10 ccm Fehling'scher Lösung 2 Minuten zum Kochen erhitzt und der Überschuss der Fehling'schen Lösung durch 0,2%ige Invertzuckerlösung zurücktitriert wird. Nur muss in diesem Falle der Titer der Fehling'schen Lösung in der Weise bestimmt werden, dass zu 10 ccm Fehling'scher Lösung eine Lösung von 1 g Saccharose in 50 ccm Wasser gesetzt wird, (um den Bedingungen der Untersuchung des

Diffusionssaftes möglichst gleiche Verhältnisse zu haben) und dann der Verbrauch an Invertzuckerlösung bestimmt wird. Dieser Titer ist merklich verschieden von dem für die Rübenuntersuchung. Die Differenz zwischen der für die Titerstellung verbrauchten Anzahl ccm der 0,2 %igen Invertzuckerlösung und der Anzahl der für die Zurücktitrierung notwendigen ccm, multipliziert mit 0,02, gibt die Volumprozente an Invertzucker im Diffusionssaft an; um Gewichtprozente zu erhalten, muss man diese Zahl unter Berücksichtigung des spezifischen Gewichtes des Saftes umrechnen.

Beispiel: Bei der Titerstellung unter den angegebenen Bedingungen wurde sämtliches Kupfer von 10 ccm Fehling'scher Lösung durch 23,8 ccm der 0,2 %igen Invertzuckerlösung ausgefällt, 10 ccm Fehling'scher Lösung entsprechen also 0,0476 g Invertzucker. Bei der Bestimmung des Invertzuckers von 10 ccm Saft wurden nun zur Ausfällung der überschüssig zugesetzten Fehling'schen Lösung 12,6 ccm Invertzuckerlösung verbraucht.

Dann enthielten 10 ccm Saft $= (23{,}8 - 12{,}6) \cdot 0{,}002$ g Invertzucker $= 0{,}0224$ g

also 100 ccm Saft $= 0{,}224$ % Invertzucker.

Hätte der Saft ein spezifisches Gewicht $= 14{,}0$ Bx $= 1{,}057$ gehabt, so enthielte er also $\frac{0{,}224}{1{,}057} = 0{,}212$ Gewichtprozente Invertzucker. Die Differenz zwischen Volumprozenten und Gewichtprozenten ist so geringfügig, dass man sich die Umrechnung erlassen kann.

Wenn man eine grössere (etwa für die ganze Kampagne ausreichende) Menge von Fehling'scher Lösung hat, kann man für jede Menge Invertzuckerlösung, die zur Rück-

titrierung verbraucht wird, auf die angegebene Weise den Prozentgehalt an Invertzucker im Rübenbrei oder Diffusionssaft ausrechnen und in einer Tabelle zusammenstellen, aus welcher man ihn bei den Analysen direkt ablesen kann.

Der Invertzuckergehalt der frischen Rüben beträgt nach Claassen etwa 0,10—0,15 %, im Diffusionssaft 0,15 bis 0,25 % (siehe S. 98).

Aschenbestimmung.

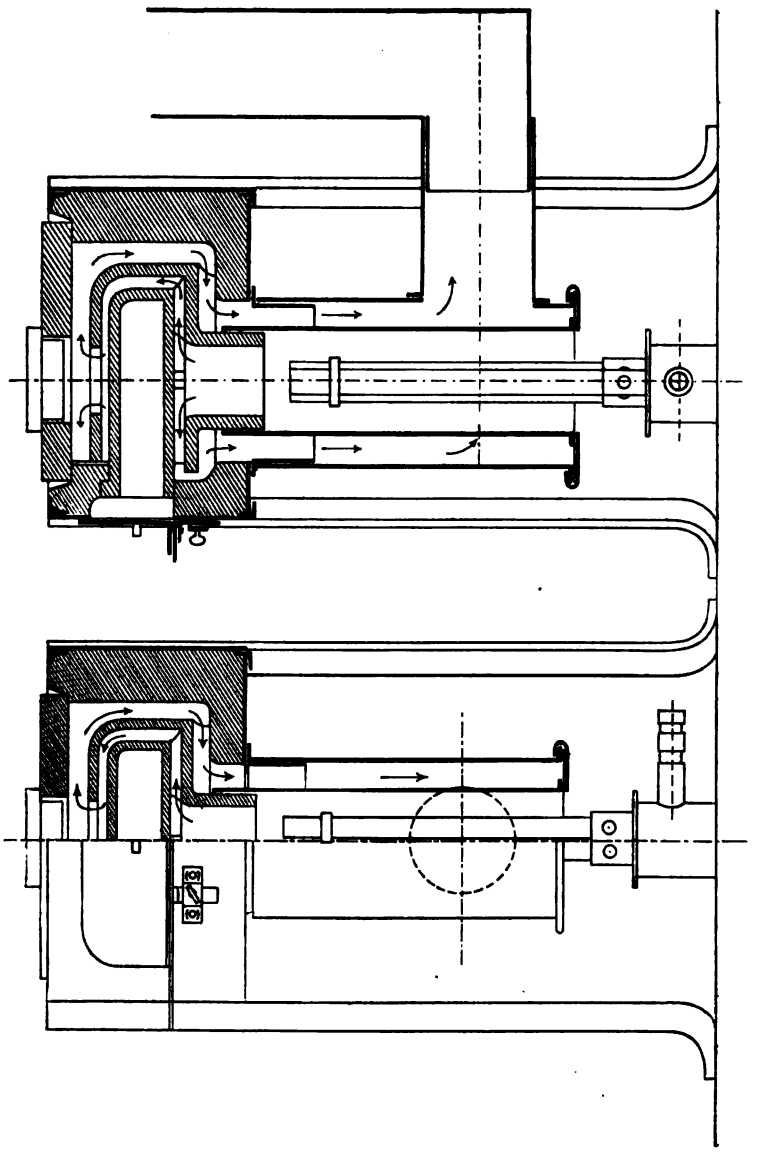
Der Aschengehalt der zuckerhaltigen Produkte wird in den Fabriken, solange es nur auf Vergleichswerte ankommt, nach der Scheibler'schen Sulfatmethode bestimmt, weil diese bisher immer noch als die einfachste und schnellste gelten kann. Das abweichende Gewicht der dabei entstehenden schwefelsauren Salze wird auf die ursprünglich vorhandenen kohlensauren Salze umgerechnet, indem ein Zehntel des Aschengewichtes von diesem abgezogen wird, obgleich dieses Verhältnis keineswegs immer zutrifft. Wo es auf wissenschaftliche Genauigkeit ankommt, ist daher immer der direkten Veraschung, eventuell in einer der sie beschleunigenden Modifikationen, der Vorzug zu geben.

Zur Aschenbestimmung im Diffusionssaft wiegt man 15—20 g schnell, um Verdunstungsverluste zu vermeiden, in einer Platinschale von ca. 6—8 cm Durchmesser und 60—80 ccm Inhalt ab und verdampft, unter Vermeidung von Verspritzung, auf geeignete Weise bis zur Sirup-Konsistenz, also z. B. auf dem Wasser- oder Sandbade, oder auf einer Asbestscheibe über einer kleinen Flamme. Sodann gibt man etwa 10—20 Tropfen reine konzentrierte Schwefelsäure hinzu und mischt mittels eines starken Platindrahtes, wobei unter starkem Aufblähen der Masse Verkohlung eintritt.

Die an dem Platindraht haftenden Teilchen der verkohlten Masse wischt man mit quantitativem Filterpapier vollständig ab und gibt das Papier in das Schälchen. Nun vervollständigt man durch kurzes Erhitzen über einer grossen Gasflamme das Verkohlen der Masse und beendet die Veraschung bei schwacher Rotglut, nämlich bei nicht über 700°, in einer geeigneten Muffel oder Ofen. Die Asche darf auf keinen Fall schmelzen oder zusammensintern, weil bei dieser Temperatur bereits eine Verflüchtigung der schwefelsauren Alkalien stattfindet, sondern muss zuletzt eine lockere, schneeweisse, nur stellenweise durch Eisenoxyd rötlich gefärbte Masse bilden; eine wässrige Lösung der Asche soll neutral oder schwach sauer reagieren, da anderenfalls Reduktion von Sulfaten zu Sulfiden stattgefunden hat. Das Gewicht des Veraschungsrückstandes, um $^1/_{10}$ seines Betrages verkleinert, wird auf die angewendete Substanzmenge in Prozente umgerechnet.

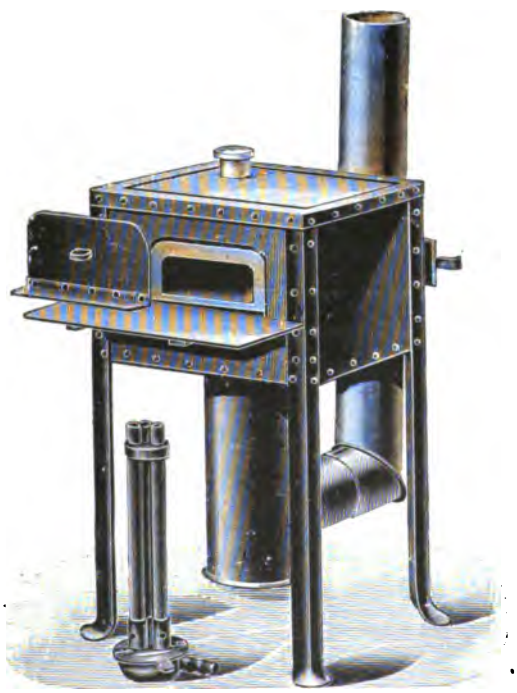
Für kleinere Veraschungschalen, besonders die Zuckerveraschungschälchen bekannter Form, genügen die bekannten, mit Tonkacheln bedeckten Platinmuffeln nach Scheibler, die in etwas geneigter Lage aufgestellt werden, damit ein lebhafter Strom der erhitzten Luft durchzieht. Vorzuziehen sind jedoch besondere Öfen mit tönernen Muffeln, die auch für die oben vorgeschlagenen grösseren Schalen ausreichen und viel schneller und sicher vor zu starker Erhitzung zum Ziel führen. Ein solcher Ofen ist der von Schrefeld *(Vereinszeitschr. 1897, 564)* beschriebene, der von Karl Jssem, Pankow, gefertigt wird und den Fig. 37 und 38 im Durchschnitt, Fig. 39 in perspektivischer Ansicht zeigen. Um mit möglichst wenig Gasverbrauch die genügenden Temperaturen zu erzielen, ist man bei der Konstruktion darauf bedacht

Fig. 37 u. 38.



gewesen, die inneren Teile des Ofens recht gut zu isolieren, um Wärmeverluste zu vermeiden. Deswegen ist die zur Aufnahme der Aschenschälchen dienende Chamotte-Muffel in eine zweite grössere Muffel hineingesetzt und diese wiederum in ein starkwandiges, in Eisenblech und Winkeleisen gefasstes Chamottegehäuse eingebaut. Die Heizflamme trifft zunächst

Fig. 39.



die innere Muffel, gelangt dann, wie in der Figur angedeutet, durch den Zwischenraum zwischen den beiden Muffeln und durch eine in der oberen Wandung befindliche Öffnung in den zwischen dieser letzteren und dem Ofengehäuse befindlichen Raum. Diesen durchströmen die Feuergase in der Richtung von oben nach unten und gelangen schliesslich durch

ein weites, eisernes Rohr von ringförmigem Querschnitt, welches den Brenner umgibt, in den Schornstein. Die zur Verbrennung erforderliche, im Innern dieses Rohres emporsteigende Luft wird so durch die abziehenden Heizgase vorgewärmt und die Feuergase sind ferner gezwungen, einen verhältnismässig langen Weg innerhalb des Ofens zurückzulegen und so ihre Wärme möglichst vollkommen abzugeben. Demgemäss verbraucht die kleinste Konstruktion des Ofens, welche für 8 Zuckerveraschungschälchen Platz bietet, in der Stunde nur 450 l Gas, wobei die Veraschung schneller vor sich geht, als in den Platinmuffeln, und bei den meisten Produkten nur $^3/_4$ — 1 Stunde erfordert. Melasse, die in Platinmuffeln kaum vollständig zu veraschen ist, wird in dem Ofen in etwa 2 Stunden verascht.

Um den Ofen bei je nach Tageszeit und Beanspruchung der Laboratoriumsgasleitung stark wechselndem Gasdruck vor zu hoher Erhitzung zu bewahren, hat sich nach Schrefeld das Rheometer von Girond bewährt, mit dessen Hilfe man eine bestimmte Temperatur für den Ofen einstellen und konstant erhalten vermag.

Neuerdings werden auch elektrische Öfen für die Veraschung empfohlen, so der von W. C. Heraeus in Hanau *(Centralblatt 1903/04, 31)*. Er besteht im wesentlichen aus einem 50 mm weiten, durch eine umgelegte Spirale aus dünnster Platinfolie elektrisch heizbaren Porzellanrohr von 20 cm Länge, in dem 2 längliche, 2—3 g der zu untersuchenden Masse aufnehmende Veraschungschalen aufgestellt werden können. Zur Erzeugung eines Luftzuges kann ein kleiner, verstellbarer Schornstein angebracht werden. Der Ofen kann für beliebige Spannungen eingerichtet werden und verbraucht etwa 600 Watt; wo also, wie in vielen Zuckerfabriken, eigene

elektrische Anlage vorhanden ist, sind die Betriebskosten sehr geringe. Durch Verwendung eines Vorschaltwiderstandes kann man den Ofen konstant auf der gewünschten Temperatur erhalten, die Veraschung geht in ihm schneller vorwärts als in Gasöfen. — Einen anderen Muffelofen für elektrische Heizung hat Herzfeld schon früher nach ähnlichen Prinzipien konstruiert; bei diesem ist eine Muffel von Platindrähten umzogen, welche in eine mit zum Glühen kommende Magnesiamasse eingelagert sind (*Vereinszeitschr. 1899, 450*). Im äusseren Aussehen gleicht er dem oben beschriebenen Gas-Muffelofen.

Will man die Carbonat-Asche bestimmen, so dampft man eine gewogene Menge Saft in einer geräumigen Platinschale zur Trockne und glüht den Rückstand, bis keine Dämpfe mehr entweichen. Die Masse bläht sich beim Glühen sehr stark auf; um ein Überklettern der Masse über den Rand der Schale zu vermeiden, beginnt man die Schale erst nur an einer Stelle des Randes zu erhitzen und dann allmählich mit der Erhitzung immer weiter über die Mitte nach dem entgegengesetzten Rande der Schale fortzuschreiten. Die erkaltete Kohlenmasse wird mit Wasser befeuchtet, zerdrückt, zerrieben und mit wenig heissem Wasser ausgelaugt, welches man durch ein quantitatives Filter dekantiert. Der ausgelaugte Rückstand mit dem Filter wird dann weiter verglüht; falls er noch keine kohlefreie Asche liefert, muss die Auslaugung des Rückstandes nochmals wiederholt werden. Schliesslich gibt man die Lauge zu der Asche, welche man vorher, um das etwa durch das Glühen entstandene Calciumoxyd wieder in Carbonat überzuführen, mit etwas Ammoniumcarbonat befeuchtet, in die Schale zurück, verdampft bis zur Trockne und glüht. Das Verglühen darf auch in diesem

Falle nur unter schwacher Rotglut erfolgen. Das Verfahren ist sehr zeitraubend und reich an Verlustquellen, ausserdem gibt es auch noch nicht die wirkliche Asche an, da die darin enthaltene Kohlensäure doch aus den organischen Bestandteilen der Substanz stammt. Will man den wirklichen Aschengehalt feststellen, so muss man also auch noch eine Kohlensäure-Bestimmung in der gewonnenen Asche vornehmen.

Um alle diese Übelstände zu vermeiden, nehmen Alberti & Hempel *(Vereinszeitschr. 1891, 743)* die Veraschung in Gegenwart von Kieselsäure vor. Die Methode hat sich für Handelsanalysen nicht einführen können, da die übliche Rendement-Berechnung des Zuckers dadurch umgeworfen wird, scheint aber für wissenschaftliche Untersuchungen Beachtung zu verdienen. Sie beruht darauf, dass, wenn ein Gemisch von Zucker mit Kieselsäure der Verbrennung unterzogen wird, vollständige Veraschung ohne Rückstand von Kohle eintritt, und dass sich bei dieser Verbrennung keine kohlensauren, sondern kieselsaure Salze aus den vorhandenen organisch sauren Salzen bilden. Die vorhandenen schwefelsauren Verbindungen und Chloralkalien werden bei der für die Veraschung einzuhaltenden Temperatur durch die Kieselsäure nicht zersetzt, man ermittelt also nur die anorganischen Bestandteile, welche in den Zuckerprodukten wirklich vorhanden sind. — Im vorliegenden Falle wird die Veraschung folgendermassen ausgeführt: Eine Platinschale der angegebenen Grösse wird mit 6—7 g gröblich gemahlenem Quarzsand und einem Platindrähtchen ausgeglüht und nach dem Erkalten tariert, sodann 15—20 g Diffusionssaft eingewogen und vorsichtig verdampft. Zuletzt mischt man den sirupartigen Rückstand innig mit dem Quarz

und verascht allmählich mit kleiner Flamme. — Nach den Untersuchungen von Stift *(Vereinszeitschr. 1893, 533)* gibt die Methode gute Ergebnisse nur dann, wenn ein sehr reiner Quarzsand benutzt wird, welcher namentlich kein Eisenoxyd und kohlensauren Kalk enthält.

3. Verluste.

a) Ausgelaugte Schnitzel und Presslinge, Trockenschnitzel.

Menge.

Über die Mengenfeststellung der ausgelaugten, gepressten oder nicht gepressten Diffusionsrückstände oder Trockenschnitzel ist im I. Teile schon das Notwendige gesagt: Das Gewicht der Presslinge wird durch Verwägen genau bestimmt, für das der ausgelaugten Schnitzel muss man nach Berechnungen aus der Füllung der Diffuseure und durch gelegentliche Gewichtsbestimmungen der Rückstände einzelner Diffuseure eine Durchschnittzahl einsetzen. Bei einer solchen Gewichtsbestimmung würde man z. B. so verfahren, dass man den betreffenden Diffuseur in die gereinigte Schnitzelschwemme ausschiessen lässt und die ausgelaugten Schnitzel, deren Abfluss natürlich verhindert werden muss, herausschöpft und nach dem Abtropfen des anhängenden Wassers zur Verwiegung bringt.

Probenahme.

Die Probenahme der ausgelaugten Schnitzel kann in der Weise geschehen, dass die am Auspacken beschäftigten Leute angewiesen werden, von jedem ausschiessenden Diffuseur je eine Hand voll in ein verdecktes, genügend grosses Gefäss zu geben, besser jedoch kann man die Probenahme vom Schnitzelbagger oder den die Schnitzelpressen speisenden

Transportschnecken usw. durch den die Schnitzelpressen bedienenden Mann in bestimmten Zwischenräumen bewerkstelligen lassen. Die Probenahme der Presslinge geschieht beim Austritt aus den Pressen in entsprechender Weise, in Abständen etwa von 5 zu 5 Minuten, indem man die Proben in einem verdeckt gehaltenen Gefässe ansammelt. Eine gute Kontrolle der hier gesammelten Proben gibt es, wenn man von den zur Verwiegung kommenden, mit Presslingen beladenen Wagen und Waggons eine Probe ansammeln lässt, zumal hier künstliche Beeinflussung der Probenahme nicht möglich ist. Zur Untersuchung kommen die Durchschnittsproben für die Verlustbestimmung in denselben Abständen, wie die frischen Schnitzel, also etwa alle 4 Stunden; für die Betriebskontrolle benutzt man vorteilhafter nicht die Untersuchung der Schnitzel, sondern die des Schnitzelpresswassers. Für die Reinhaltung der Probenahme-Gefässe dienen dieselben Vorschriften wie bei den frischen Schnitzeln. — Die Probenahme der Trockenschnitzel geschieht in der Weise, dass aus jedem 2. oder 5. Sack mit der Hand oder dem Probestecher eine Probe genommen wird. Da das Material vollkommen unveränderlich ist, genügt es, wenn die Probe in jeder Schicht einmal gemischt und untersucht wird.

Untersuchung.

Zuckergehalt. Zur Vorbereitung für die Untersuchung zerkleinert man einen Teil der gut gemischten Rückstände in der Fleischhackmaschine, wobei man die benutzte Maschine nur für diese Untersuchungen und niemals für die frischer Schnitzel verwenden soll, da sonst die gröbsten Fehler vorkommen müssen. Die gehackten Presslinge werden wiederum gemischt, das doppelte Normalgewicht in Kolben

von 201,4 ccm gebracht, diese zu etwa $^3/_4$ mit Wasser und 6 ccm Bleiessig gefüllt und $^3/_4$ Stunde lang in der bei frischen Schnitzeln beschriebenen Weise der heissen wässrigen Digestion unterworfen. Nach dem Abkühlen, Auffüllen und Filtrieren bringt man das Filtrat im 400 mm-Rohr (Durchflussröhre) zur Polarisation, die Ablesung ergibt halbiert den Prozentgehalt an Zucker.

Um dem Einwurf zu begegnen, dass diese Methode zu langwierig sei für die laufende Betriebskontrolle, hat Skärblom *(Centralblatt 1902/03, 1226)* die heisse wässrige Digestion der zerkleinerten Presslinge dahin abgeändert, dass er das doppelte Normalgewicht im 201,4 ccm-Kolben mit kochendem Wasser bis zu etwa $^5/_6$ des Kolbeninhalts übergiesst, 1 Minute lang tüchtig umschüttelt, 6 ccm Bleiessig hinzufügt, etwas über die Marke auffüllt, rasch abkühlt, zur Marke einstellt, wieder 1 Minute gut schüttelt, filtriert und polarisiert. Die Ergebnisse stimmen genau mit denen durch alkoholische Extraktion überein. Die so ausgeführte heisse wässrige Digestion ist mindestens ebenso rasch wie die Untersuchung des aus den zerkleinerten Schnitzeln ausgepressten Wassers, gibt aber gleichmässigere und richtigere Ergebnisse. Schnelle und richtige Ergebnisse erhält man auch nach Pellet, wenn man die Presslinge in der Presse „Ohne Gleichen“ zerkleinert und der kalten wässrigen Digestion unterwirft.

Für die Untersuchung der Trockenschnitzel unterwirft man, wenn der Zuckergehalt hoch ist, das $^1/_2$-Normalgewicht unter Zusatz von 5 ccm Bleiessig der alkoholischen Extraktion mit Nachextraktion in der für frische Schnitzel geltenden Weise. Bei geringem Zuckergehalte wendet man auf das $^1/_2$-Normalgewicht unter Zusatz von 8—10 ccm Bleiessig im

200,7 ccm-Kolben die heisse wässrige Digestion an, das Filtrat wird im 400 mm-Rohr beobachtet. Zur Vorbereitung wird das Material entweder wiederholt durch eine Fleischhackmaschine getrieben oder in einer Reibschale oder Mörser zu einem groben Gries zerstossen.

Trockensubstanz. Etwa 5 g der gehackten Presslinge oder 10 g der zerkleinerten Trockenschnitzel werden in eine Porzellanschale mit flachem Boden, von ca. 6 cm Durchmesser und 2 cm Höhe, in flacher Schicht eingewogen und im Vakuumtrockenschrank bei 105° bis 110° zur Gewichtskonstanz getrocknet.

b) Ablaufwässer (Druck- oder Ausschiesswasser, Spülwasser, Presswasser).

Menge.

Die Menge des eigentlichen Ablaufwassers setzt sich zusammen aus dem Druckwasser, d. h. aus dem Wasser, das sich vor Öffnung des Mannloches neben den ausgelaugten Schnitzeln im Diffuseur befand, und dem Ausspülwasser, das noch in den Diffuseur eingelassen wird, um den Rest der Schnitzel daraus zu entfernen. Die Menge des ersteren geht in der früher angegebenen Weise aus der Summe der berechneten Abfallprodukte, abzüglich der Menge der ausgelaugten Schnitzel, hervor, die des letzteren ist je nach den Verhältnissen, besonders ob untere oder seitliche Entleerung der Diffuseure vorliegt, sehr verschieden und muss einigemale durch direktes Abmessen bestimmt werden. Gründet sich die Verlustbestimmung auf die Menge der Presslinge, so muss ausserdem noch die Menge des Presswassers festgestellt werden aus Menge der ausgelaugten

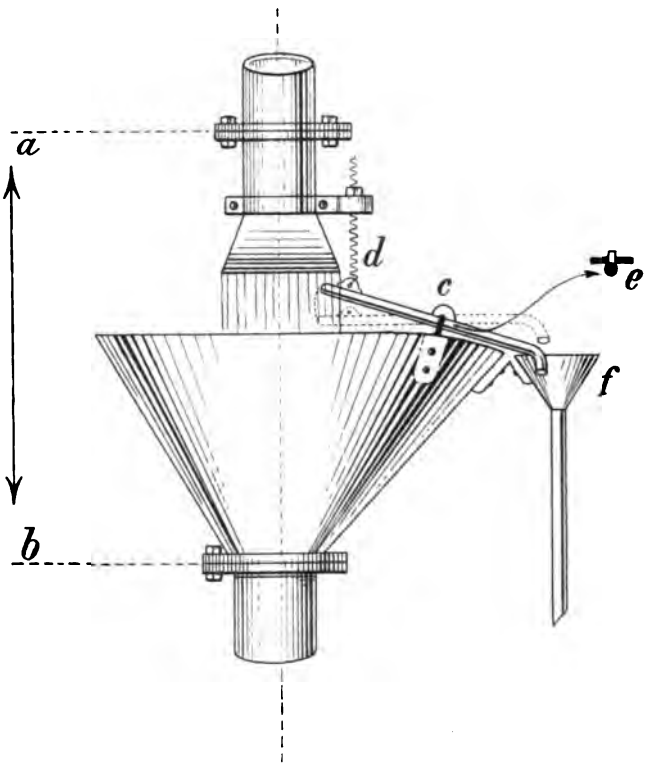
Schnitzel abzüglich Menge der Presslinge. Der einfachste Fall liegt vor, wenn Ablaufwasser (Druck- und Spülwasser) mit dem Presswasser vereinigt werden; in diesem Falle braucht man nur den mittleren Zuckergehalt der Mischung festzustellen, ihr Gewicht geht aus der Summe der berechneten Abfallprodukte abzüglich Gewicht der Presslinge hervor.

Probenahme.

Als einfachstes Mittel, von einer Flüssigkeit eine Durchschnittsprobe zu erhalten, erscheint es, aus der betreffenden Leitung oder Gefäss durch einen kleinen Hahn ununterbrochen die Flüssigkeit austropfen oder in dünnem Strahle ausfliessen zu lassen. In der Praxis kann man aber dieses Verfahren nur selten, nämlich nur bei dünnen Flüssigkeiten, die keine fremden Stoffe mit sich führen, anwenden, während z. B. bei Ablaufwässern, welche Schnitzelteile mit sich führen, bei Laugen, die Kalkteilchen mit sich führen, oder bei Dicksäften derartige Hähne sich leicht verstopfen. A. Schaper *(Centralblatt 1896/97, 188a)* hat daher die nebenstehend dargestellte Vorrichtung (Fig. 40) getroffen, die besonders auch für die Probenahme von Ablaufwässern empfohlen werden kann, zumal sie in jeder Fabrikwerkstatt selbst angefertigt werden kann. Aus der die fragliche Flüssigkeit führenden, möglichst senkrechten Rohrleitung wird an einer passenden Stelle ein in der Skizze mit *a*—*b* bezeichnetes Stück ausgeschnitten, auf dem unteren Teil ein Trichter entsprechender Form angebracht und das Ende des oberen Rohres unter Beibehaltung des Querschnittes plattgedrückt. In die abfallende Flüssigkeit hinein ragt ein auf dem Trichter (bei *c*) in vertikaler Richtung drehbarer, mit einer kleinen Regulierspindel *d* versehener Rundeisenstab *e* von ca. 10 mm Durch-

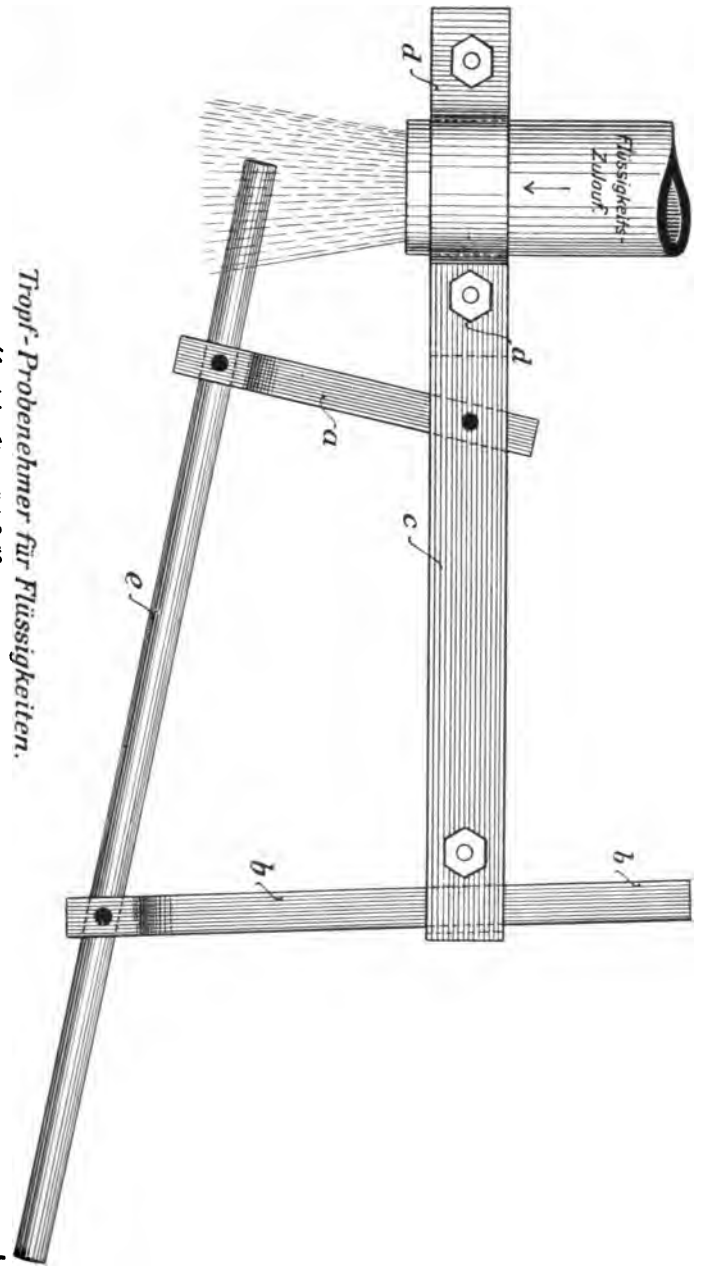
messer und wechselnder Länge, an welchem je nach der Regulierung tropfenweise oder in ununterbrochenem Strahl die Probeflüssigkeit durch einen kleinen Trichter *f* oder

Fig. 40.



direkt in das Sammelgefäss abfliesst. Dieser kleine Tropf-Apparat hat sich in der nebenstehend skizzierten (Fig. 41) vereinfachten Gestalt in Dormagen seit längeren Jahren als praktisch bewährt. Der Rundeisenstab *e* ist mittels 2 Charnieren, *a* und *b*, welche freien Raum für das Entlangfliessen der Flüssigkeit am Rundeisen lassen müssen, mit einem doppelten Bandeisenstück *c* so verbunden, dass das kürzere Char-

Fig. 41.



Tropf-Probenehmer für Flüssigkeiten.

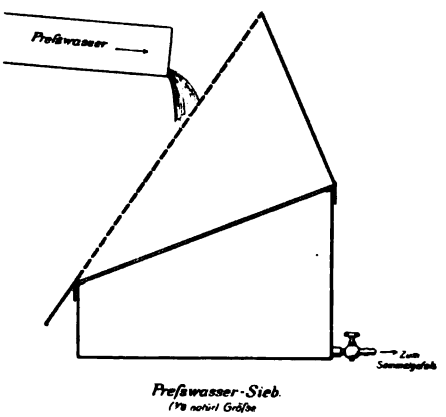
(Ansicht; ½ natürl. Grösse.)

nier *(a)* nur in seinen Gelenken beweglich ist, das längere aber zwischen den beiden Bändern des Stückes *c*, die es federnd festhalten, höher oder tiefer geschoben werden kann. Das Stück *c* wird mittels Schrauben auf die Schelle *d* und diese auf das abgeschnittene Rohrende oder das Ende einer besonderen Zweigleitung von genügendem Querschnitt aufgesetzt. Die skizzierte Einrichtung ermöglicht in sehr einfacher Weise die genaue Einstellung des Rundeisenstabes auf den gewünschten Abflusswinkel.

Für Ablaufwasser kann man nun die beschriebene Tropf-Vorrichtung etwa in der Weise benutzen, dass man von der das Wasser wegführenden Leitung an einer geeigneten Stelle ein senkrechtes Zweigrohr abführt, das der Einfachheit halber oberhalb eines Ablaufkanales, etwa des Schmutzwassers der Wäsche, enden kann, sodass man das Wasser nicht erst besonders aufzufangen braucht. Von dem im kräftigen Strahl ausfliessenden Wasser lässt man dann einen Teil mittels der Tropf-Vorrichtung in einen Behälter, also z. B. einen Schützenbach'schen Kasten fliessen, aus welchem von Zeit zu Zeit nach erfolgtem Umrühren die Probe für die Untersuchung genommen wird, während der Rest fortgegossen wird. Die gleiche Vorrichtung empfiehlt sich für das Presswasser, nur müssen hierbei die Rohre entsprechend weite Querschnitte zeigen, da sonst Verstopfung durch mitgeführte Schnitzelstücke besonders leicht eintritt. Bei manchen Pressen, also z. B. den Kegelpressen von Selwig & Lange, fliesst das abgepresste Wasser frei von der Presse ab. In diesem Fall kann man einen Teil davon durch eine untergelegte Blechrinne auffangen und auf eine einfache Filtrier-Vorrichtung führen, bei welcher (siehe Fig. 42) ein mit groben Bohrungen versehenes Blech in geneigter Lage

auf einem Sammelbehälter steht, aus welchem durch einen am Boden befindlichen Hahn eine kleine Probe ausfliesst. Das Siebblech hält alle Schnitzelstücke zurück, welche durch das nachfliessende Wasser bei der stark geneigten Lage des glatten Bleches immer wieder abgeschwemmt werden.

Fig. 42.



Für die Sammelbehälter aller zuckerhaltigen Ablaufwässer ist besondere Reinlichkeit nötig, sie müssen täglich mindestens einmal durch Ausbürsten mit Wasser oder dünner Kalkmilch von der sich ansetzenden schleimigen Schicht gesäubert werden, wenn man Zersetzungen der Proben vermeiden will, welche sonst so rapid vor sich gehen, dass man, in Fällen der Unreinlichkeit, statt der Rechtsdrehungen Linksdrehungen beobachten kann.

Die Kontrolle des Ablauf- und Presswassers ist diejenige Betriebsuntersuchung, welche am schnellsten Unregelmässigkeiten der Diffusionsarbeit erkennen lässt. Infolgedessen nimmt man diese Untersuchungen häufiger vor, als es die Verlust-

bestimmung an und für sich erfordert. Man verfährt, um das Laboratorium nicht unnötig zu überlasten so, dass man abwechselnd in der einen Stunde das Presswasser, dann in der nächsten Stunde das Ablaufwasser untersucht, was für die Kontrolle des Betriebes häufig genug sein dürfte. Auch in Fabriken, wo das Presswasser zum Ablaufwasser läuft, man also für die Verlustbestimmung nur die Untersuchung des letzteren nötig hätte, führt man die Untersuchung des Presswassers als Mittel der Betriebskontrolle aus, weil dieses bei seinem höheren Zuckergehalte schärfer die augenblickliche Höhe der Verluste der Diffusion beurteilen lässt.

Untersuchung.

Man misst 100 ccm ab, füllt im $^{100}/_{110}$-Kolben mit der erforderlichen Menge Bleiessig und Wasser auf 110 ccm auf, lässt einige Zeit stehen, filtriert und bringt das Filtrat im 400 mm-Rohr (Durchflussröhre) zur Polarisation. Die Hälfte der beobachteten Ablenkung dient zur Ablesung des Zuckergehaltes aus den Schmitz'schen Tabellen; für diese häufig vorkommenden Untersuchungen berechnet man sich vorteilhaft eine kleine Hilfstabelle, ausgehend von der Grundlage, dass, bei Beobachtung im 400 mm-Rohre und bei Verwendung von $^1/_{10}$ Volumen Bleiessig, 1^0 Ablenkung = (0,13 + 0,013) = 0,143 % Zucker entspricht.

— Tabelle 31 siehe Seite 291. —

Bei richtiger Bemessung des Bleiessigzusatzes und genügendem Stehen nach der Klärung filtrieren normale Ablauf- und Presswässer immer klar, sodass man andere Mittel, wie Tonerdehydrat, nicht zur Hilfe zu ziehen braucht; ganz schwache Trübungen kann man, unbeschadet der Genauigkeit

der Polarisation, durch Zusatz eines Tropfens Essigsäure beseitigen.

Tabelle 31.

Zuckergehalt von Ablauf- und Absüsswässern. (100 ccm auf 110 aufgefüllt und das Filtrat im 400 mm-Rohr beobachtet.)

Polarisation	% Zuckergehalt	Polarisation	% Zuckergehalt
0,0	0,00	**2,0**	0,29
0,1	0,01	2,1	0,30
0,2	0,03	2,2	0,31
0,3	0,04	2,3	0,33
0,4	0,06	2,4	0,34
0,5	0,07	2,5	0,36
0,6	0,09	2,6	0,37
0,7	0,10	2,7	0,39
0,8	0,11	2,8	0,40
0,9	0,13	2,9	0,41
1,0	0,14	**3,0**	0,43
1,1	0,16	3,1	0,44
1,2	0,17	3,2	0,46
1,3	0,19	3,3	0,47
1,4	0,20	3,4	0,49
1,5	0,21	3,5	0,50
1,6	0,23	3,6	0,51
1,7	0,24	3,7	0,53
1,8	0,26	3,8	0,54
1,9	0,27	3,9	0,56
		4,0	0,57

4. Zusammenstellung der Resultate der Diffusionskontrolle

(für eine Betriebswoche einer Fabrik von 50000 dz wöchentlicher Verarbeitung).

Eingeführt: 50000 dz Rüben mit 15,20 Pol.

Gewonnen: 1500 Messkästen zu je 3,792 cbm = 5688 cbm Diffusionssaft.

Zusammensetzung 14,0 Bx 12,13 Pol. 86,6 Quot.

Mittlere Temperatur des gemessenen Saftes 25,0°.

Spez. Gewicht des Saftes bei 25° = 14,0 — 0,5 = 13,5 Bx = 1,055.

Also gewonnen 5688 . 1,055 = 6000,8 t = 60 008 dz Diffusionssaft = 120 % auf Rüben mit 12,13 Pol. = 14,55 % Zucker.

Verluste:

a)

50 %	Presslinge	mit 0,50	Pol. =	0,25 %
40 %	Presswasser	„ 0,25	„ =	0,10 %
100 %	Ablaufwasser	„ 0,10	„ =	0,10 %
		Bestimmbare Verluste	=	0,45 % Zucker

b)

50 %	Presslinge	mit 0,50	Pol. =	0,25 %
140 %	Ablaufwasser	„ 0,14	„ =	0,20 %
(einschliessend Presswasser)				
		Bestimmbare Verluste	=	0,45 % Zucker

c)

26 %	Presslinge	mit 0,50	Pol. =	0,13 %
3 %	Trockenschnitzel	„ 4,00	„ =	0,12 %
140 %	Ablaufwasser	„ 0,14	„ =	0,20 %
		Bestimmbare Verluste	=	0,45 % Zucker

d)

90 % ausgel. Schnitzel mit 0,39 Pol. = 0,35 %
100 % Ablaufwasser „ 0,10 „ = 0,10 %
Bestimmbare Verluste = 0,45 % Zucker

Zusammenstellung:

Eingeführter Zucker	15,20 %
Gewonnener Zucker	14,55 %
Verlust	0,65 %
davon nachgewiesen	0,45 %
unbestimmbar	0,20 %.

C. Scheidung, Saturation und Filtration.

Nachdem der Saft die Diffusionsbatterie verlassen hat und hier die Menge des im Umlauf befindlichen Zuckers festgestellt ist, ist eine solche Mengenbestimmung, wenn nicht eine ausserordentliche Verzögerung und Erschwerung der Saftverarbeitung statthaben soll, erst wieder möglich, wenn der Fabrikationsvorgang beinahe abgeschlossen ist, wenn nämlich der in die Fabrikation eingeführte Zucker als Rohzucker I. Produktes und als Zweitprodukt-Füllmasse vorliegt. Auf diesem langen Wege kann also quantitativ nur der verloren gehende Zucker bestimmt werden, der im Umlauf befindliche Zucker kann dagegen nur qualitativen Prüfungen in den verschiedenen Zwischenprodukten, in denen er vorhanden ist, unterliegen. Hier ist also hauptsächlich das Feld der Betriebskontrolle, die Verlustbestimmung beschränkt sich im wesentlichen auf die Abgänge bei der Filtration und Verdampfung und Verkochung.

1. Scheidung.

Bei der Scheidung, welche oft mit der Saturation in demselben Gefässe statthat, ist für die Verlustbestimmung nur die Bestimmung der Menge des verbrauchten Kalkes von Belang, da diese einen Anhaltspunkt geben muss für die Menge des in den Filterpressen vorgefundenen Pressschlammes.

Bei der Trockenscheidung kann man den Kalkbedarf für jede Füllung der Pfanne abwiegen, vorteilhafter jedoch nach Claassen (*„Die Zuckerfabrikation“*) abmessen, weil dadurch der Einfluss der nicht gar gebrannten Stücke, die schwerer sind, ausgeschaltet wird. Das Messen geschieht in Kästen der erforderlichen Grösse, deren mittlere Füllung man durch Verwiegen festgestellt hat, natürlich muss eine einigermassen gleichmässige Stückgrösse des Kalkes dabei innegehalten werden. Die Anzahl der Kästen muss im laufenden Betriebe natürlich mit der Zahl der abgezogenen Diffuseure übereinstimmen, es ist aber vorteilhaft, sie besonders anschreiben zu lassen, um eine Kontrolle für die Aufmerksamkeit des die Scheidepfanne bedienenden Arbeiters zu schaffen.

Bei der Kalkmilchscheidung kommt nur die Abmessung der Kalkmilch in Betracht. Diese ist jedoch unvollkommen, wenn sie ganz ohne Rücksicht auf die doch in gewissen Grenzen schwankende Dichte der Kalkmilch geschieht. Für eine einigermassen genaue Kontrolle der verbrauchten Kalkmenge sind daher sogenannte Kalkmilchwaagen anzuwenden, welche alle auf der Grundlage beruhen, dass ein (nach der Füllung der Diffuseure berechneter und für verschiedene prozentische Mengen der Kalkzugabe einstellbarer) Schwimmer in dünnere Kalkmilch tiefer, in stärkere Kalkmilch weniger tief eintaucht und die erforderliche Füllung durch Einspielen eines Zeigers entweder dem bedienenden Arbeiter anzeigt oder selbsttätig durch Abschliessen des Einlaufventiles herstellt.

Die Bestimmung der Alkalität des Scheidesaftes nach vorheriger Filtration lässt natürlich keine Schlüsse zu auf die Höhe des Kalkzusatzes, diese Alkalität ist vielmehr wechselnd je nach der besonderen Beschaffenheit des Diffusionssaftes und der Temperatur und wohl auch der Zeitdauer der

Scheidung. Wenn also eine abnorm hohe Alkalität des geschiedenen Saftes beobachtet wird, so lässt das höchstens vermuten, dass vielleicht gerade Saft, der besonders reich an Alkali-Salzen ist, zur Verarbeitung kommt. In normalen Fällen beträgt die Alkalität des mit Trockenkalk geschiedenen Saftes je nach der Temperatur der Scheidung 0,25—0,35 % CaO, bei Kalkmilch-Scheidung etwas weniger.

---

2. Saturation.

Die chemische Kontrolle der Saturation erstreckt sich in der Hauptsache auf zwei Punkte: Bestimmung der Alkalität des jeweilig in der Pfanne in Behandlung befindlichen Saftes und Feststellung des Kohlensäuregehaltes des benutzten Saturationsgases. Dazu kann, zur Aufklärung hoher unbestimmbarer Verluste hinter der Diffusion, noch die Untersuchung des Diffusionssaftes nach einer den Verhältnissen des grossen Betriebes angepassten Kalk-Kohlensäure-Methode treten.

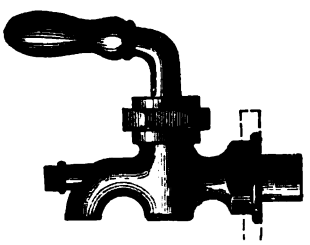
a) Alkalitäts-Bestimmung.

Probenahme.

Der Inhalt der Saturationspfannen befindet sich unter der Einwirkung der Kohlensäure in fortgesetzter Bewegung und Mischung, sodass man sicher ist, in jeder beliebigen Höhe des Saftinhaltes richtige Proben des Saftes zu erhalten. Sehr einfach kann man die Probenahme daher bewerkstelligen, solange sich der Saftspiegel oberhalb der Stelle befindet, von welcher aus die Bedienung der Pfannen erfolgt, indem man mittels eines Hahnes Proben abzapft. Solche Hähne sind vorteilhaft so gebaut, dass man sie leicht reinigen kann,

wenn sie sich etwa durch Schlamm verstopfen, also z. B. nach dem in Fig. 43 abgebildeten Modell. Sehr viel schwieriger gestaltet sich die Probenahme, wenn der Flüssigkeitsspiegel in gleicher Höhe oder noch unterhalb der Bedienungsbühne der Saturation liegt, wie das in sehr vielen Fabriken der Fall ist. Man schöpft dann meistens mit einer Kelle, welche einen entsprechend langen Stiel hat, von oben her Proben aus der Pfanne. Abgesehen davon, dass diese Art der Probenahme sehr umständlich ist und den bedienenden Arbeiter veranlasst, die Probe nur selten zu entnehmen, während gerade häufige Alkalitäts-Bestimmung für die Aufrechterhaltung eines geregelten Betriebes nötig ist, gibt es hierbei auch Fälle (starkes Schäumen der Pfanne), in denen die Probenahme fast unmöglich wird und statt des Saftes nur Schaum liefert, dessen Alkalität von der des Saftes ganz verschieden sein kann. Aus diesen Gründen sind, wenn die Bedienung der Pfanne nicht nach unten verlegt werden kann, besondere Probenahme-Vorrichtungen zu empfehlen, also etwa kleine Handpumpen oder die im folgenden beschriebenen, von Schneider & Helmecke, Magdeburg, eingeführten Vorrichtungen.

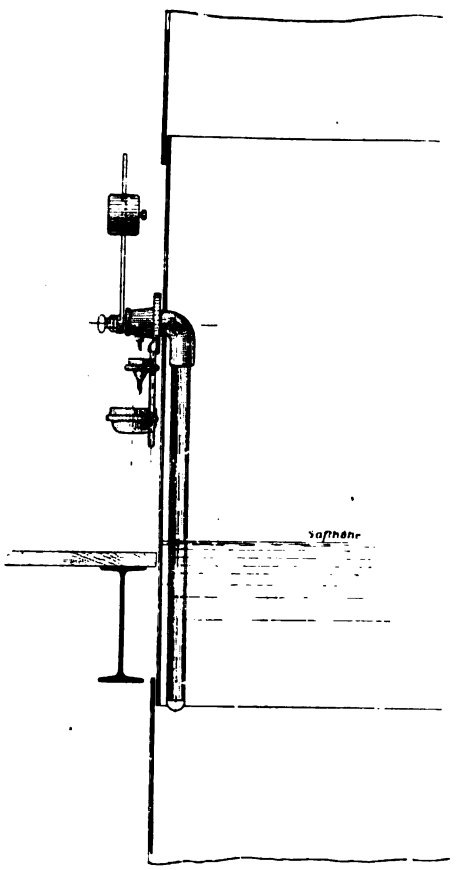
Fig. 43.



Der Saturations-Probenehmer „Simplex“ kann angewendet werden, wenn die Bedienungsbühne in gleicher Höhe oder nicht viel über dem Flüssigkeitsspiegel liegt. Der Apparat (Fig. 44 und 45) schöpft den Saft mittels einer drehbaren Rinne mit Schöpflöffel, die sich an einem Hahnkücken befindet, welches sich in einem aussen an der Wand der Pfanne angebrachten Gehäuse mit Auslaufröhrchen durch

einen Hebel mit Gegengewicht leicht bewegen lässt. Unterhalb des Auslaufröhrchens ist ein Ring angebracht, um darin einen Glastrichter mit Filter einzuhängen, durch welches der Saft in das Probegläschen läuft, das auf dem Sieb eines

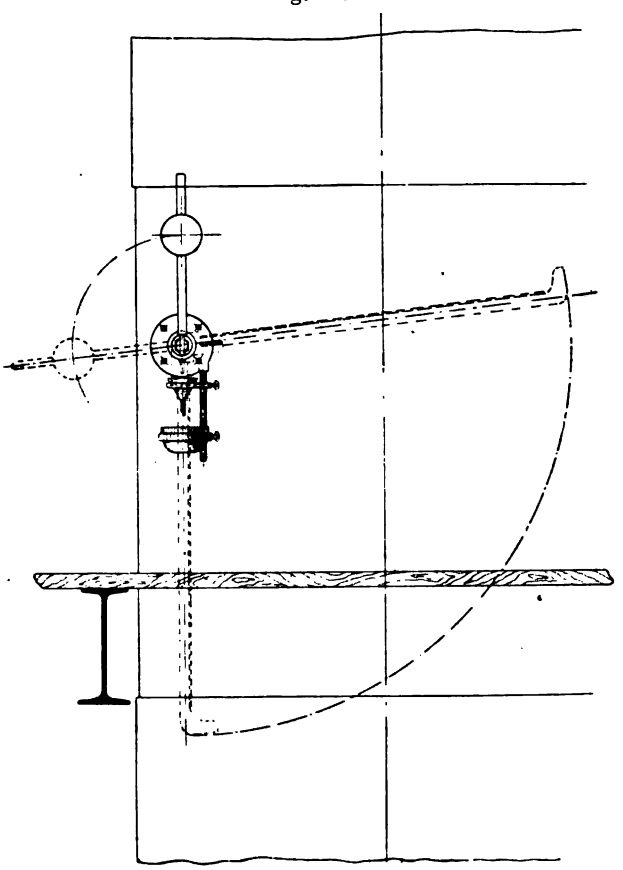
Fig. 44.



Tropfgefässes steht. Um eine Probe zu nehmen, wird durch einen leichten Druck mit der Hand die ziemlich vertikal in den Saft eintauchende Rinne etwas über die horizontale Lage nach oben gedreht, sodass der aufgeschöpfte Saft in das

Hahnkücken und durch das Auslaufröhrchen am Gehäuse in das Filter fliesst; die Schöpfrinne geht nach Aufhören des Handdruckes von selbst wieder in ihre Anfangslage zurück. Bei Verstopfung kann man das Hahnkücken nach Lösung

Fig. 45.

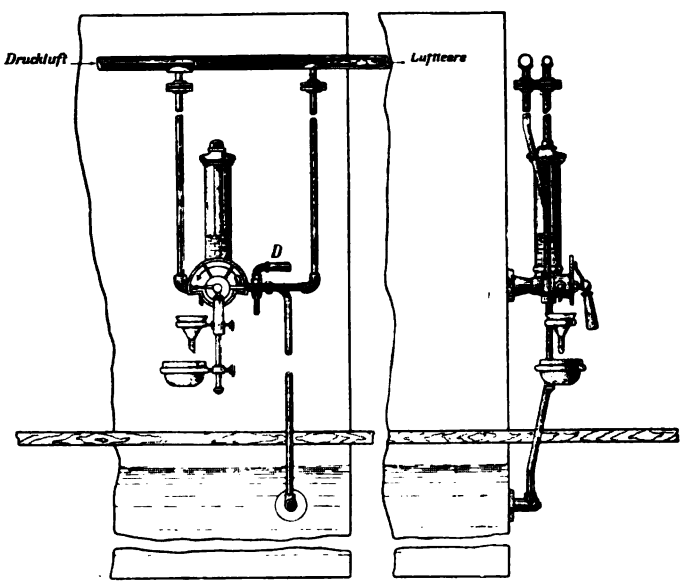


der Reinigungs-Verschlussschraube durch Durchstossen leicht reinigen.

Der Probenehmer „Exakt“ ist besonders für hohe und ganz geschlossene Pfannen bestimmt und kann an jeder

Stelle des Saturateurs, wo er gerade am bequemsten zugänglich ist, montiert werden. Wie die Abbildungen (Fig. 46 und 47) zeigen, besteht er aus einem Glasgefässe, in welchem die eingesaugte Probe zur Beurteilung durch das Auge sichtbar wird, und welches Verbindung mit der Pfanne, dem Druckrohr der Kohlensäurepumpe oder eines Luftkompressors und dem Saugrohr der Luftpumpe erhält. Das Glasgefäss sitzt

Fig. 46. Fig. 47.



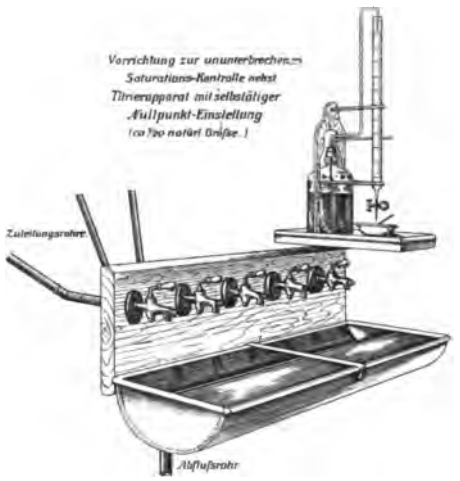
auf einem Hahngehäuse mit mehrfach durchbohrtem Kücken, dessen verschiedene Stellungen nach einer Indexscheibe reguliert werden; zum Einziehen von Reinigungsflüssigkeit ist ausserdem seitlich ein Dreiwegehahn vorhanden. Die Arbeitsweise mit der Vorrichtung ist folgende: Der Hahn wird von „Ruhe“ auf „Ausblasen“ gestellt und der von der vorhergehenden Probenahme stehen gebliebene Saft

durch den Druck der Kohlensäure oder Pressluft aus dem Glasgefäss und dem Saftrohr in die Saturationspfanne zurückgedrückt. Bei „Ansaugen“ wird unter der Wirkung der Luftleere frischer Saft aus der Pfanne in das Glasgefäss eingesogen, welcher bei „Ablassen“ teilweise oder ganz auf das in ähnlicher Weise wie bei „Simplex“ angebrachte Filter ausfliessen kann. Um den Apparat zu reinigen, kann man Säurewasser durch den Dreiwegehahn *D* einziehen und wieder zurückdrücken und auf dieselbe Weise mit Wasser nachspülen. Während bei „Simplex“ jede Pfanne eines besonderen Probenehmers bedarf, kann bei Verwendung von „Exakt“ ein Probenehmer an sämtliche Pfannen angeschlossen werden, indem mit Hilfe eines besonderen Umstellhahnes, welcher auf einer Nummertafel die Nummer der betreffenden Pfanne angibt, das Saftansaugerohr jeder einzelnen Pfanne mit dem Apparate in Verbindung gesetzt werden kann.

Bei der Saturation in einzelnen Pfannen muss natürlich jede Pfanne ihren Probehahn oder Probenahme-Vorrichtung besitzen. Dasselbe soll auch der Fall sein bei stetiger Saturation, wenn diese mehrere Gefässe besitzt, damit man immer in der Lage ist, den Stand der Alkalität in jeder einzelnen Pfanne zu verfolgen. Hierbei ist es sehr bequem, wenn man aus allen Pfannen sämtlicher Saturationen, eventuell auch von den Filterpressen her, ununterbrochen Proben durch Rohrleitungen von engem Querschnitt ($^3/_8$—$^3/_4$ Zoll) nach einem Punkte hinfliessen lässt, wo die Kontrolle derselben und die Bedienung der Saturation erfolgt. Die Proben fliessen dort in ein besonderes Becken und aus diesem in einen Sammelkasten, aus welchem eine kleine Pumpe die Flüssigkeit wieder in die I. Saturation zurückbefördert. Eine solche Probierstation, bei welcher der Saft aus der 1. und

2. Pfanne der stetigen I. Saturation, von den Schlammpressen, aus der Pfanne der stetigen II. Saturation und von den Pressen der II. Saturation aus 5 Hähnen ununterbrochen ausfliesst, um mittels der dabei stehenden Titrier-Vorrichtung nach vorheriger Filtration sofort untersucht zu werden, zeigt Fig. 48; die Vorrichtung kann aber nur angelegt werden.

Fig. 48.



wenn es die örtlichen Verhältnisse erlauben, wenn also die Bedienung der Pfanne von unten erfolgt und wenn die Zuleitungsröhren nur kurz zu sein brauchen, denn anderenfalls würde man die Probe des jeweiligen Saftinhaltes zu spät erhalten. Die Leitungen müssen ausserdem so angelegt werden, dass man sie in jedem einzelnen Teil leicht und schnell durch Durchstossen reinigen kann.

Für die Häufigkeit der Probenahme muss die Regel gelten, dass keine Pfanne sämtlicher 2 oder 3 Saturationen abgelassen werden darf, ehe ihre Alkalität festgestellt ist, oder bei der stetigen Saturation, dass mindestens nach jeder

Änderung im Saftzufluss oder -Abfluss und in der Zuführung der Kohlensäure eine Untersuchung erfolgen muss. Im übrigen kann bei gut geschultem Bedienungspersonal die Beurteilung der Proben nach Sicht genügen, vorteilhaft ist es aber immer, wenn sie durch häufige Alkalitäts-Bestimmungen ergänzt wird.

Für die Kontrolle der Saturationsarbeit durch das Laboratorium werden Durchschnittsproben nicht benutzt, es liegt hier vielmehr einer der Fälle vor, wo Einzelproben vorteilhafter sind, weil sie besser beurteilen lassen, ob der die Saturation bedienende Arbeiter eine gleichmässige Höhe der Alkalität inne hält, wie es zur Verhinderung von Arbeitsstockungen auf der Filtrierstation notwendig ist, oder nicht. Diese Proben werden etwa viermal in der Schicht, aber aus naheliegenden Gründen nicht immer zu genau feststehender Zeit, sondern in wechselnden Zwischenräumen, entnommen, und zwar an den Pressen der I. bis III. Saturation in Gestalt des filtrierten Saftes, ferner vom unsaturierten Dicksaft (aus dem Verdampfapparat) und vom saturierten Dicksaft (von den Pressen).

Untersuchung.

Die Alkalität aller Zwischen- und Endprodukte der Zuckerfabrikation wird bestimmt durch Titrierung mit einer Probesäure, von welcher 1 ccm die Menge von 0,001 g CaO neutralisiert. Da 1 ccm einer $^1/_1$-Normal-Schwefelsäure 0,028 g CaO entspricht, so stellt man diese Probesäure her, indem man 1 l $^1/_1$-Normal-Schwefelsäure mit destilliertem Wasser auf 28 l verdünnt und deren Titer in bekannter Weise einstellt. Bei Anwendung von 10 ccm Saft (oder 10 g der zuckerhaltigen Substanz) gibt dann die Anzahl der

zur Neutralisation verbrauchten ccm Probesäure direkt die auf Kalk bezogene Alkalität in $^1/_{100}$-Prozenten (Volum- oder Gewichtsprozenten) an. Um einen Vergleich zu ermöglichen, wird die Alkalität sämtlicher Produkte immer auf CaO berechnet, obwohl sie nur zum geringsten Teile oder garnicht davon herrührt, sondern durch die verschiedensten chemischen Verbindungen hervorgerufen wird.

Als Indikatoren werden vorwiegend angewendet Phenolphtaleïn, Rosolsäure und Lackmus, jedoch sind diese beiden letzteren zu verwerfen. Zur Wahl des Phenolphtaleïns als Indikator zwingt schon der Umstand, dass unter den herrschenden Vereinbarungen Zucker, welche gegen Phenolphtaleïn sauer sind, nicht handelsfähig sind; naturgemäss muss man dann, um phenolphtaleïnalkalische Zucker zu erzeugen, auch die Kontrolle der Zwischenprodukte auf Phenolphtaleïn stützen. Die erwähnten Vereinbarungen für den Handel sind aber auch sachlich begründet insofern, als die anderen Indikatoren gewisse Stoffe, wie besonders saure Salze oder Alkalien und Asparagin als alkalisch oder neutral anzeigen, welche tatsächlich (gleich den Säuren) invertierend auf die Saccharose einwirken, während Phenolphtaleïn diese Stoffe als Säuren zur Anzeige bringt. Das Ziel der Verarbeitung der Säfte muss doch aber sein, diese in allen Stadien mit Sicherheit gegen Inversion, d. h. gegen Zuckerzerstörung, zu schützen, und aus diesem Grunde muss die Kontrolle der Alkalitäten während der Fabrikation durch Phenolphtaleïn als Indikator geschehen. Übrigens hat Phenolphtaleïn vor Rosolsäure und Lackmus noch den grossen Vorzug, dass sein Farbenumschlag auch für Ungeschulte leicht und mit Sicherheit zu erkennen ist, sodass man, wie es die Kontrolle der Saturation erfordert, die Alkalitäts-

Bestimmung durch jeden Arbeiter ausführen lassen kann. Neben der Bestimmung der Phenolphtaleïnalkalität ist aber die der Alkalität der Rosolsäure häufig angebracht oder sogar geboten, um sich ein Bild zu machen über die Menge der genannten Nichtzuckerstoffe, aus welcher man oft die Erklärungen für gewisse Erscheinungen während der Fabrikation ziehen kann.

Für die Bestimmung der Alkalität der Dünnsäfte begnügt man sich in der Regel mit der Feststellung der Volum-Prozente, da es nur auf den Vergleich ankommt und die untersuchten Säfte annähernd immer dieselbe Dichte haben. Demgemäss misst man in einem Messgläschen 10 ccm des filtrierten Saftes ab, gibt diese nebst einigen Tropfen einer alkoholischen Phenolphtaleïnlösung (2 g auf 1 l) in ein Porzellanschälchen, spült das Messgläschen mit etwas destilliertem Wasser, das neutral sein muss, nach und lässt dann, während man mit einem Glasstäbchen umrührt, soviel der Probesäure zufliessen, bis die anfängliche rote Farbe der Flüssigkeit gerade verschwindet. 1 ccm verbrauchter Probesäure entspricht einer Alkalität von 0,01 % CaO (Volum-Prozente). — Neutrales Wasser stellt man aus dem (meist sauren) destillierten Wasser her, indem man es mit einigen Tropfen Phenolphtaleïnlösung versetzt und tropfenweise $^1/_{10}$-Normal-Natronlauge zufliessen lässt, bis eine dauernde, schwache Rosafärbung des Wassers auftritt. — Für die Kontrolle der Saturation an der Pfanne selbst gewährt grosse Bequemlichkeit das Saturationspapier von Richter. Es ist dies mit Säure von bestimmter Stärke und Phenolphtaleïnlösung getränktes Fliesspapier, das für die Alkalitäten von 0,09, 0,05 und 0,02 in den Handel kommt. Man taucht das Papier in die zu untersuchende Flüssigkeit, tritt dann nur

eine schwache Rosafärbung auf, welche beim Hin- und Herbewegen des Papiers in der Luft verschwindet, so ist gerade der durch das Papier angezeigte Alkalitätspunkt erreicht. Die Verwendung des Papieres ist besonders bei der stetigen Saturation nützlich und erspart eine Anzahl der zeitraubenden Titrationen.

Die grosse Zahl der täglich im Laboratorium und an der Saturation nötigen Alkalitäts-Bestimmungen wird wesentlich erleichtert durch geeignete Titrier-Apparate, welche schnelles Füllen der Büretten mit der Probesäure erlauben. Zum Gebrauch im Laboratorium sind daher besonders Büretten zu empfehlen, welche unterhalb der unteren Marke einen seitlichen Ansatz tragen, durch welchen man aus einer höher stehenden Vorratsflasche die Probesäure einlaufen lässt. Für die Arbeit an der Saturation sehr vorteilhaft sind Titrier-Apparate oder Büretten mit selbständiger Nullpunkt-Einstellung, von denen es eine ganze Anzahl erprobter Konstruktionen gibt, auf die hier nicht näher eingegangen werden kann. Sie haben oft den Nachteil, dass sie zu kostspielig sind. Man kann sich aber sehr einfach einen Titrier-Apparat mit selbständiger Einstellung des Nullpunktes selbst herstellen, wobei man die gewöhnliche Form der Büretten benutzt, indem man die Probesäure aus der Vorratsflasche durch eine Schlauch- oder Glas-Verbindung nach der oberen (Füll-)Öffnung der Bürette drückt. Diese Zuleitung endigt in einem winkelförmig gebogenem Glasrohr, das in die Bürette einhakt und dessen einhakendes Ende in eine Spitze ausgezogen ist. Man schneidet die Spitze gerade so lang ab, dass sie bis zum Nullpunkte eintaucht. Ist dann die Bürette durch die (mittels Druckball usw.) hochgedrückte Probesäure über den Nullpunkt gefüllt, so hebert die überstehende Flüssigkeit selbsttätig

zurück. Durch die selbsttätige Einstellung wird die Genauigkeit und Schnelligkeit der Titrationen sehr erhöht. Eine solche Titrier-Vorrichtung ist auf Fig. 48 (S. 302) erkennbar. — Will man dem Arbeiter die Indikatorflüssigkeit nicht selbst in die Hand geben, so fügt man sie bereits mit dem Verdünnungswasser der Probesäure bei deren Herstellung zu; von derartiger Probesäure darf man aber immer nur den Bedarf für etwa eine Woche herstellen, da sie zur Zersetzung neigt.

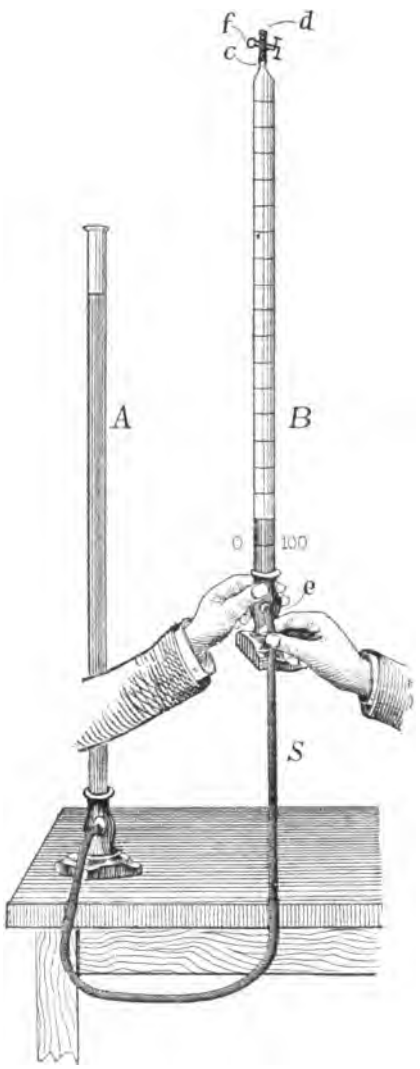
b) Saturationsgas.

Die Proben des Saturationsgases nimmt man aus der Druckleitung entweder direkt durch einen Hahn oder durch eine abgezweigte Leitung, welche an einer geeigneten Stelle, also entweder in der Nähe der Saturation oder im Laboratorium selbst, endet. In letzteren Fällen ist es nötig, den Hahn immer geöffnet und einen lebhaften Strom des Gases hindurchgehen zu lassen, um jederzeit sofort eine Probe des gerade in der Hauptleitung befindlichen Gases zu erhalten, während man anderenfalls vor jeder Untersuchung das Gas erst längere Zeit ausströmen lassen müsste, um eine richtige Probe zu erhalten. Das ausser der Zeit der Untersuchungen ausströmende Saturationsgas leitet man natürlich, um Belästigungen durch Geruch usw. vorzubeugen, durch einen Schlauch oder dergleichen in's Freie.

Die Untersuchung des Gases auf Kohlensäure geschieht meistens noch aus alter Gewohnheit durch die Stammer'sche Röhre in ihrer einfachen oder verbesserten Gestalt, auch wohl durch den umständlichen Apparat von Scheibler. Beide Methoden können nach dem heutigen Stande der technischen Gasanalyse nicht mehr als angenehm oder bequem gelten. Viel vorteilhafter bedient man sich

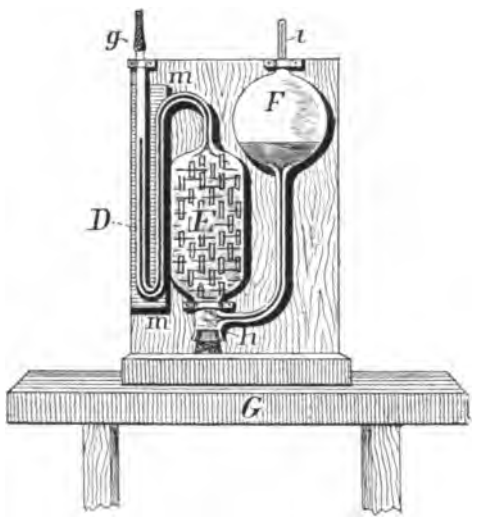
vielmehr der von Hempel angegebenen Apparate. (Vergl. die ausführliche Beschreibung in Seyffart, *Kesselhaus- und Kalkofenkontrolle II. Aufl., Magdeburg 1904.*) — Für die Kohlensäure-Untersuchung bedarf man einer Gasbürette (Fig. 49) und einer

Fig. 49.



Absorptionspipette (Fig. 50), welche mit Kalilauge und zur Beschleunigung der Absorption mit Drahtnetz-Röllchen beschickt ist. Die Bürette besteht aus dem graduierten, 100 ccm fassenden, durch Gummischlauch und Quetschhahn verschliessbaren Messrohr *B* und dem Einstell- oder Niveau-Rohr *A*, welche in gusseisernen Füssen ruhen und durch einen Gummischlauch

Fig. 50.

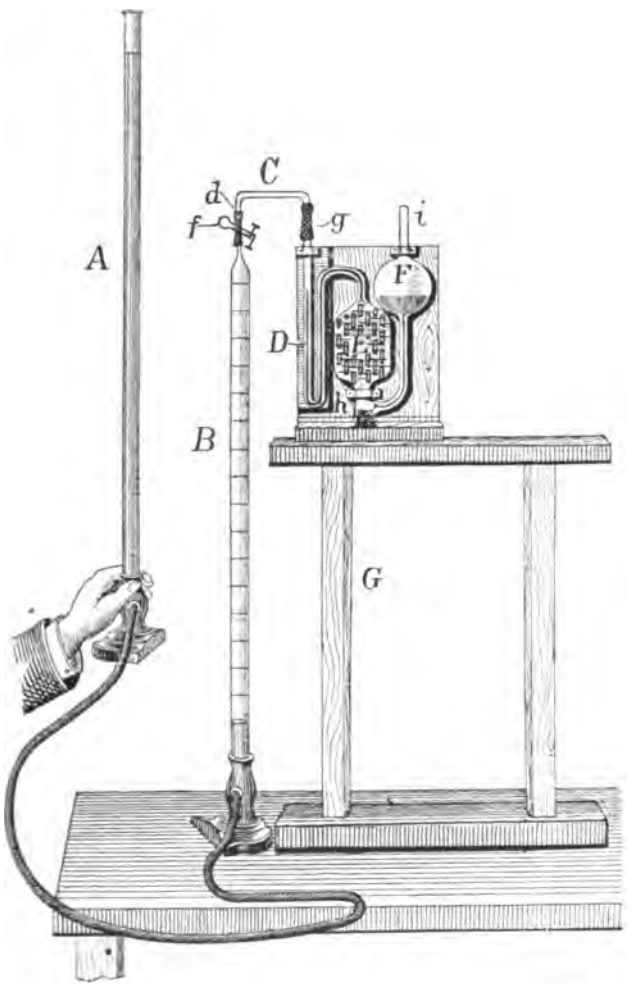


von entsprechender Länge verbunden sind. Man füllt beide Rohre bis etwas über ihre halbe Höhe mit Wasser und verdrängt dann die Luft aus dem Messrohre, indem man dessen Verschluss öffnet und durch Heben des Standrohres das Wasser in ihm emporsteigen lässt, bis es aus dem Gummischlauchstück oben heraustritt. Nun verbindet man den an die Saturationsgasleitung angeschlossenen Gummischlauch nebst Glasröhrchen, durch welchen das Saturationsgas ständig aus dem Probehahn austritt, mit der Messröhre, öffnet den Quetschhahn und lässt das Saturationsgas eintreten, bis die

Messröhre bis über den Nullpunkt gefüllt ist. Dann misst man genau 100 ccm Gas unter dem gerade herrschenden Atmosphärendruck ab, indem man durch Heben des Einstellrohres *A*, dieses mit der linken Hand erfassend, vorerst das Gas bis über den Nullpunkt zusammenpresst, sodann mit dem Daumen und Zeigefinger der rechten Hand den Verbindungschlauch *S* des Messrohres dicht am unteren Rohrende *e* durch Abquetschen schliesst — siehe Fig. 49 —, das Einstellrohr nunmehr auf den Tisch stellt und darauf, das Messrohr *B* mit der linken Hand hebend, durch schwaches Öffnen des Verbindungschlauches ganz allmählich den Meniskus genau bis zum Nullpunkt sinken lässt. Ist dieser erreicht, so quetscht man den Verbindungschlauch wieder fest zu, stellt in diesem Zustande das Messrohr auf den Arbeitstisch und öffnet mit der linken Hand den Quetschhahn *d* der Bürette während 1—2 Sekunden, wobei soviel Gas unter hörbarem Geräusch entweicht, als dem Drucküberschuss des noch eingepressten Gases gegenüber der äusseren Atmosphäre entspricht. Die Bürette enthält dann genau 100 ccm Gas, wovon man sich durch Ablesen bei gleichem Wassersäulenspiegel der beiden Rohre überzeugt. Nunmehr verbindet man das Messrohr mittels eines zweimal rechtwinklig gebogenen Kapillarröhrchens in der Weise, dass Glas an Glas sitzt, mit der Absorptionspipette, welche in der in Fig. 51 veranschaulichten Weise mit Kalilauge gefüllt ist und auf einem Holzbänkchen von passender Höhe steht, und drückt, bei geöffnetem Quetschhahn, durch Heben des Standrohres die abgemessene Gasmenge in die Pipette, indem man das Wasser im Messrohr bis zum 100-Punkt steigen lässt. Sodann saugt man den Rest des Gases durch Senken des Messrohres zurück, bis die Kalilauge in der weiss unterlegten Kapillare der

Absorptionspipette ihren früheren Stand wieder erreicht hat. Die Absorption wiederholt man noch einmal in derselben Weise, schliesst dann das Messrohr mittels des Quetschhahns ab und liest, nachdem man den Wasserstand in beiden Rohren auf gleiche Höhe gebracht hat, an der Teilung der Messröhre die Anzahl der durch die Kalilauge absorbierten ccm Kohlen-

Fig. 51.



säure ab, welche direkt den prozentischen Gehalt des Saturationsgases an Kohlensäure angeben.

Für die Untersuchung sind noch folgende Vorsichtsmassregeln zu beobachten: Das in der Bürette befindliche Wasser soll mit Kohlensäure gesättigt sein; vor jeder Ablesung muss die Bürette 1 Minute stehen bleiben, damit das an der Glaswandung haftende Wasser abfliessen kann; die Bürette darf, um Erwärmungen des Gasinhaltes zu verhüten, niemals am Glasrohr mit der Hand angefasst werden.

Neuerdings hat Steffens *(Vereinszeitschr. 1903, 1356)* die Beobachtung gemacht, dass in manchen Fällen ein Gehalt des Saturationsgases an Kohlenoxyd eine Ursache des sogenannten schweren Saturierens und des schlechten Laufens der Schlammpressen sei. Aus diesem Grunde kann eine Untersuchung des Saturationsgases auf überschüssigen Sauerstoff am Platze sein, weil dessen Gegenwart — abgesehen von Ausnahmefällen — die Anwesenheit von Kohlenoxyd ausschliesst. Für diese Untersuchung bedarf man einer gleichen Absorptionspipette wie die für Kohlensäure, welche aber mit Phosphorstäbchen und Wasser gefüllt wird. Man führt in der beschriebenen Weise den gemessenen, von CO_2 befreiten Rest des Saturationsgases 2- bis 3-mal in die Absorptionspipette über, die Differenz zwischen dem Anfang- und Endvolumen des Gases in ccm gibt den Prozentgehalt des Saturationsgases an Sauerstoff an.

Um die Wirkung einer bestimmten Saturations-Vorrichtung beurteilen zu können oder zur Kontrolle der Saturation in besonderen Fällen kann es von Wert sein, die Ausnützung des Saturationsgases, d. h. den CO_2-Gehalt des aus der betreffenden Pfanne austretenden Gases im Vergleich zu dem des eintretenden Gases feststellen zu können.

Proben des abziehenden Gases kann man natürlich nur aus vollkommen geschlossenen Saturationspfannen entnehmen, da man im anderen Falle eine Vermischung des Gases mit der atmosphärischen Luft befürchten muss. Man bringt am oberen Teile der Pfanne einen Probehahn an und verbindet diesen durch einen Schlauch mit einer Woulff'schen Flasche. Diese ist etwa zu $^1/_4$ mit Wasser gefüllt, in welches das Glasröhrchen, durch welcher das Saturationsgas eintritt, eintaucht. Der andere Tubus ist durch Glasröhrchen und Schlauch mit der Luftleereleitung oder dergl. verbunden. Mit Hilfe der Luftleere saugt man eine längere Zeit vor der Untersuchung oder ständig das Gas durch die Flasche, welches durch das Wasser gewaschen und von dem etwa übergerissenen Schaum befreit wird. Um zu kontrollieren, dass das Wasser keinen freien Kalk enthält, setzt man ihm etwas Phenolphtaleïnlösung zu. Zur Untersuchung löst man die Verbindung der Flasche mit der Luftleere und verbindet sie nunmehr mit der Gasbürette, die man füllt, indem man durch Tieferhalten des Standrohres das Gas ansaugt. Da das Gas heiss ist, muss man die Bürette beträchtlich über den Nullpunkt füllen, darauf eine bestimmte Zeit, also z. B. jedesmal 5 Minuten, bis zur Abkühlung des Gases stehen lassen und dann erst auf den Nullpunkt einstellen. Die abgemessene Gasmenge untersucht man in der bekannten Weise auf Kohlensäure. Wenn der Prozentgehalt des eintretenden Gases an CO_2 = S, der des abziehenden Gases = s ist, so beträgt nach dem Ansatz

$$100\ S = (100 - x)\ s + x\ .\ 100$$

die Menge (x) der aus 100 Teilen Saturationsgas absorbierten Kohlensäure

$$x = \frac{100\ (S - s)}{100 - s}$$

oder, wenn man auf 100 Teile CO_2 umrechnet, sind von

100 Teilen CO_2 des ursprünglichen Saturationsgases absorbiert worden

$$y = \frac{100}{S} \cdot \frac{100\ (S - s)}{100 - s}$$

Diese Zahl ist der Ausnutzungs-Koeffizient. — Die Ausnutzung des Saturationsgases ist je nach den Verhältnissen (Einrichtung der Pfannen, Höhe des Saftstandes, Druck unter dem das Gas eintritt, Temperatur, Alkalität und Qualität des Saftes) sehr verschieden und schwankt zwischen 50 - 70 %.

c) Bestimmung von Polarisationsverlusten bei der Scheidung und Saturation nach der Kalk-Kohlensäure-Methode.

Für den Fall, dass etwa bei Verarbeitung eines abnormen Rübenmateriales (aufgetaute oder verfaulte Rüben) aussergewöhnlich hohe unbestimmbare Verluste auftreten, wird man feststellen müssen, ob vielleicht durch die Einwirkung des Kalkes auf den Diffusionssaft Polarisationsverluste eintreten. Zu diesem Zwecke untersucht man den Diffusionssaft, nachdem man ihn analog der Verarbeitungsmethode im Grossen geklärt und gereinigt hat.

Nach Claassen *(Corresp.-Bl. 1893, 170)* verfährt man dazu folgendermassen: Man misst mit einer Pipette 50 ccm des Diffusionssaftes ab, lässt sie in einen 100 ccm-Kolben laufen, füllt mit Wasser und Bleiessig bis zur Marke auf und polarisiert das Filtrat. Andere 50 ccm desselben Saftes werden in eine Porzellanschale gebracht, auf 90° erwärmt und, je nach der Arbeitsweise der Fabrik mit 0,5—1,0—1,5 g Kalk (= 1—2—3 % des Saftes) in Form von frisch bereiteter Kalkmilch versetzt. Nachdem der Kalk 5—10 Minuten eingewirkt hat, saturiert man in der Weise, dass man Kohlensäure durch ein, in eine feine Spitze aus-

gezogenes, Glasrohr vorsichtig einleitet, sodass kein Saft verspritzt wird. Das Ende der Saturation kann man durch Einwerfen kleiner Stückchen des erwähnten Saturationspapieres (für eine Alkalität von 0,09 CaO) feststellen. Den saturierten Schlammsaft bringt man ohne Verlust in ein 100 ccm-Kölbchen, kühlt ab, setzt einige Tropfen Essigsäure hinzu, um etwa noch vorhandenen Ätzkalk zu sättigen, füllt mit wenig Bleiessig und Wasser bis zur Marke auf und polarisiert das Filtrat. — Da bei diesem letzteren Säfte infolge des Kalkzusatzes eine grössere Menge Niederschlag vorhanden ist, als bei der einfachen Bleiessigklärung, so ist eine Korrektur für den Kalkniederschlag nötig, welche in folgender Weise vorgenommen wird. 1 g CaO gibt ungefähr 1,75 g $CaCO_3$, dessen spezifisches Gewicht 2,7 ist. 1,75 g $CaCO_3$ nehmen also einen Raum von 0,65 ccm ein, und daher beträgt bei einem Zusatz von 1 g CaO das Flüssigkeitsvolumen in dem 100 ccm-Kölbchen 99,35 ccm (bei 0,5 g CaO = 99,7 ccm, bei 1,5 g CaO = 99,0 ccm). Die gefundene Polarisation ist demnach mit 0,994 (0,997 oder 0,990) zu multiplizieren.

---

3. Filtration.

a) Scheideschlamm.

Menge und Probenahme.

Über die Mengenbestimmung des Scheideschlammes wurde im I. Teil schon das Nötige gesagt, hier sei kurz wiederholt, dass es genügt, wenn man die Zahl der entleerten Pressen oder auch die Zahl der zur Abfuhr aus der Schlammstation dienenden Wagen feststellt, deren Durchschnittsgewicht

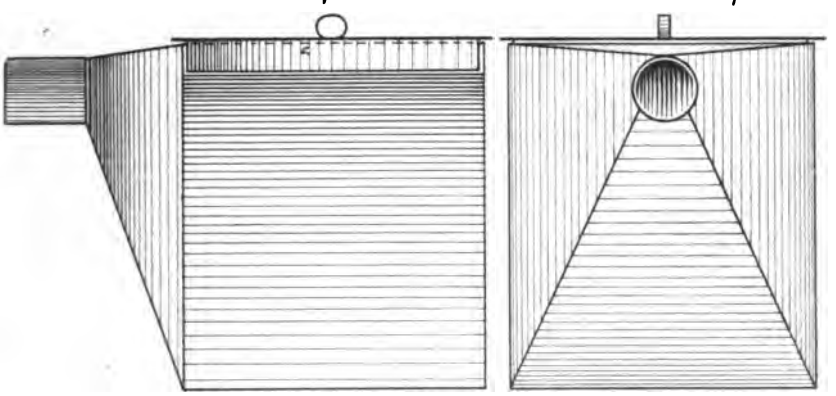
man ermittelt hat und gelegentlich kontrolliert. Eine Kontrolle der so erhaltenen Zahlen ergibt der Kalkverbrauch der Fabrik, da auf 1 Teil Kalk rund 4 Teile Schlamm entfallen.

Die Entnahme einer richtigen Durchschnittsprobe des Scheideschlammes erfordert sehr viel guten Willen der Arbeiter und eine angestrengte Kontrolle durch die Aufsichtsbeamten. Es werden häufig genug Fälle vorkommen, wo mit oder ohne Schuld der Arbeiter einzelne Pressen schlecht abgesüsst sind, von welchen dann mit Absicht keine Proben entnommen werden, während Pressen, die besonders gut abgesüsst sind, bei der Probenahme bevorzugt werden. Derartige Kniffe können das Ergebnis der Verlustbestimmung stark beeinflussen und die unbestimmbaren Verluste ganz gut um 0,1—0,2 % zu hoch erscheinen lassen. Demgegenüber muss verlangt werden, dass von jeder Presse ohne Ausnahme Proben genommen werden, und zwar aus mindestens 3—4 verschiedenen Rahmen, und bei jedem dieser Rahmen an einer anderen Stelle, da einerseits die verschiedenen Rahmen, andrerseits auch der Inhalt der Rahmen an verschiedenen Stellen einen starken Unterschied im Grade der Absüssung aufweisen. Die Proben der einzelnen Pressen werden in einem verdeckten Gefässe gesammelt, damit keine wesentliche Verminderung des Wassergehaltes des Schlammes auftreten kann. Die einzelnen Proben kann man mit einer kleinen Holzschaufel aus den Rahmen abstechen, vorteilhafter sind aber besondere Probestecher. Einen solchen stellt Fig. 52 dar. Es ist dies in der Hauptsache ein rechteckiger Kasten aus starkem Weissblech, Grundfläche etwa 150 mm im Quadrat, Höhe 180 mm, der oben durch einen Einsteckdeckel verschliessbar ist. Die vordere Wand ist als halbe Pyramide von etwa 90 mm Höhe ausgebildet, an deren höchster Stelle

ein Stück Gasrohr von 50 mm Länge und $1^1/_4$" Durchmesser eingelötet ist. Dieses ist an seinem vorderen Rande zugespitzt, die vorderste Kante aber abgerundet, damit die Presstücher nicht verletzt werden können. Für die Probenahme ergreift man den Apparat mit beiden Händen und stösst aus dem Filterrahmen einen Pfropfen Schlamm heraus, welcher durch die weiteren Proben in das Sammelgefäss gedrückt wird. An dieser kleinen Vorrichtung ist also Probestecher und Sammel-

Fig. 52.

Probenehmer für Schlammkuchen *¼ natürlicher Größe.*



Längsschnitt. *Vorder-Ansicht.*

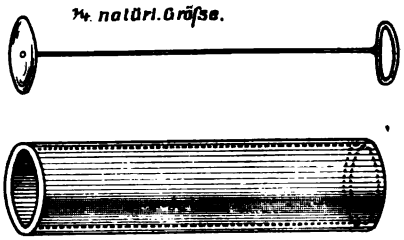
gefäss vereinigt. Einen sehr einfachen Probestecher kann man sich auch herstellen aus einem Stück Gasrohr von $2-2^1/_2$" Durchmesser und solcher Länge, dass es bequem in den Zwischenraum zwischen je 2 Platten und Rahmen bei geöffneter Presse eingeführt werden kann, sein vorderer Rand ist in der angegebenen Weise zugespitzt. Man stösst hiermit Pfropfen aus den Rahmen heraus; ist das Rohr gefüllt, so wird sein Inhalt durch einen Stössel (Fig. 53) in das Sammelgefäss entleert. Dies ermöglicht zugleich eine gute Kontrolle der Probenahme, indem man zu je 1, 2 oder 3 Pressen je

einen solchen Probestecher gibt, von genau der Länge, welche der Zahl der zu entnehmenden Proben entspricht, also z. B. von 18 cm Länge, wenn aus 2 Pressen je 4 Proben von 22,5 mm Stärke der Presskuchen zu entnehmen wären. Jedesmal, wenn dann die Pressen einmal herum entleert sind, müssen sämtliche Probestecher gefüllt sein, werden in's Laboratorium gebracht, dort entleert und an die Schlammpressenstation zurückgegeben.

Fig. 53.

Probestecher für Schlammkuchen mit Stöfsel.

¼ natürl. Gröfse.

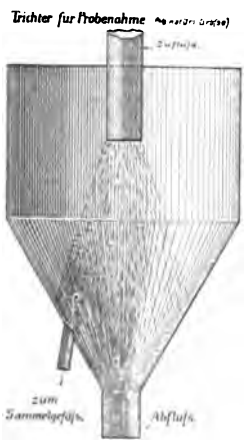


Einfacher und sicherer gestaltet sich die Probenahme, wenn der Schlamm aus der Pressstation in kleinen Wagen abgefahren wird. Aus jedem dieser Wagen wird vor dem Entleeren mittels eines Probestechers bekannter Form, und von solcher Länge, dass er bis auf den Boden des Wagens reicht, durch den betreffenden Arbeiter eine Probe entnommen und in ein bedecktes Sammelgefäss gegeben. Wenn diese Art der Probenahme möglich ist, soll man sie unbedingt anwenden, da sie der Beeinflussung durch die Arbeiter der Pressstation ziemlich entzogen ist.

Leicht ist es auch, Durchschnittsproben zu erhalten in dem Falle, dass der Scheideschlamm unterhalb der Pressen mit Wasser aufgemaischt und dann aus der Fabrik fort-

gepumpt wird. Man versieht dann die Röhrenleitung an passender Stelle mit einem Hahn, der ziemlich grossen Querschnitt haben muss, damit er sich nicht so leicht verstopft, und der bei Verstopfungen leicht gereinigt werden kann. Von dem aus diesem Hahne ausfliessenden Schlammbrei entnimmt man durch den Tropfapparat von Schaper eine Durchschnittsprobe. Ist der Brei besonders dickflüssig, so versagt zuweilen diese Vorrichtung, es empfiehlt sich dann nebenstehend skizzierte Vorrichtung (Fig. 54). Von dem Trichter, in welchen die Probeflüssigkeit einfliesst, ist durch eine Scheidewand, die aber nicht bis zum oberen Rande des Trichters hochgeführt ist, ein kleines Segment abgetrennt, welches für sich eine besondere Ausflussöffnung besitzt. Der Trichter wird nun so angebracht, dass von der Probeflüssigkeit auch ein geringer Teil in dieses Segment fliesst und von hier in ein entsprechendes Sammelgefäss abläuft. Die so erhaltene Probe des Schlammbreies muss natürlich nicht bloss auf Zucker, sondern auch auf ihr spezifisches Gewicht untersucht werden, um daraus auf den Anteil festen Schlammes, der in ihr enthalten ist, schliessen zu können.

Fig. 54.



Untersuchung.

Für die Untersuchung des Schlammes kommen in Betracht hauptsächlich die Bestimmung des Gesamtzuckers,

eventuell die Bestimmung des (an Kalk) gebundenen Zuckers, dann zuweilen die Bestimmung der Trockensubstanz; bei Schlammbrei endlich auch die Bestimmung des spezifischen Gewichtes. Da eine Zersetzung oder Veränderung des Schlammes während der Aufbewahrung nicht zu befürchten ist, so genügt es, wenn etwa nur 1- bis 2-mal in der Schicht eine Untersuchung der Durchschnittsprobe vorgenommen wird; die Zeit, welche zuweilen auf häufigere Untersuchungen verwendet wird, kann zweckmässiger für die Kontrolle der Probenahme benutzt werden. Der angesammelte Schlamm wird zerbröckelt und in diesem Zustand gut gemischt, dann eine Teilprobe davon entnommen und noch weiter zerkleinert und gemischt, am besten durch Verreiben in einer Reibschale. Die so vorbereitete Probe kommt zur Untersuchung.

Zuckergehalt.

Gesamt-Zucker. In einem Zuckerschälchen wiegt man das einfache Normalgewicht Schlamm ab und verrührt unter Zusatz von Wasser mittels eines pistill-artig geformten Glasstäbchens zu einem dünnen Brei, welchen man verlustlos in ein 200 ccm-Kölbchen spült. Dann gibt man einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung und zur Zersetzung des Zuckerkalkes tropfenweise 50 %ige Essigsäure zu, bis die entstandene Rotfärbung gerade verschwindet, fügt zur Klärung 5 ccm Bleiessig bei, füllt zur Marke auf und filtriert. Wenn man in dieser Weise arbeitet, erhält man niemals dunkelgefärbte, sondern immer wasserhelle Filtrate, welche, in der 400 mm-Röhre (Durchflussröhre) beobachtet, direkt den Zuckergehalt des Schlammes ablesen lassen. Der Einfluss des Volumens des im Schlamm vorhandenen kohlensauren Kalkes auf die Verdünnungsverhältnisse ist dabei nicht berücksichtigt, da die

Untersuchungsergebnisse auf die angegebene Weise höchstens um 0,1 % zu hoch ausfallen, und dieser Fehler bei den unvermeidlichen Mängeln der Probenahme nicht in's Gewicht fällt; will man ihn vermeiden, so müssen statt des Normalgewichtes nur 25,5 g Schlamm abgewogen werden. — Für die Untersuchung von Schlammbrei verdünnt man das doppelte Normalgewicht (oder 51,0 g) in der beschriebenen Weise auf 200 ccm.

Nach der Methode von Ost benutzt man zur Zersetzung des Kalksaccharates kristallisiertes salpetersaures Ammoniak. Man wiegt das einfache Normalgewicht oder 25,5 g Schlamm in einem tarierten Schälchen ab, setzt etwa 7—8 g Ammoniumnitrat zu, spült verlustlos in eine glasierte Reibschale und verreibt dort zu einem dünnen Brei, welchen man in einen 200 ccm-Kolben spült. Man kann auch den Schlamm direkt in einem tarierten Porzellanschälchen abwiegen und gleich in diesem mittels eines kleinen Pistills zerreiben, um das doppelte Überspülen zu vermeiden. Der Zusatz von Ammoniumnitrat soll die Zerteilung des Schlammes sehr beschleunigen, das vorhandene Kalksaccharat wird unter Bildung von salpetersaurem Kalk und Ammoniak zersetzt.

Freier Zucker. Man arbeitet in der zuerst beschriebenen Weise, aber ohne Zusatz von Essigsäure und Phenolphtaleïn, und erhält dann nur die Menge des wasserlöslichen Zuckers. Der Gesamt-Zucker, vermindert um den Betrag des freien Zuckers, ergibt die Menge des an Kalk gebundenen Zuckers.

Trockensubstanz.

Die Bestimmung der Trockensubstanz kann zuweilen wünschenswert sein, um daraus annähernd auf den Gehalt des Schlammes an kohlensaurem Kalk zu schliessen, der

natürlich etwas geringer ist als die Menge der Gesamt-Trockensubstanz. Man verfährt dann so, dass 5 g Schlamm in eins der erwähnten flachen Porzellanschälchen in lockerer Schicht eingewogen und bis zur Gewichtkonstanz bei einer Temperatur von 105—110 ° getrocknet werden.

Spezifisches Gewicht von Schlammbrei.

Das spezifische Gewicht stellt man bei dünnem Brei am schnellsten durch Spindelung fest. Ist der Brei dicker, so wiegt man in einem Blechgefäss, dessen oberer Rand so abgeschnitten ist, dass es genau 500 oder 1000 ccm fasst, dieses Volumen ab und rechnet das gefundene spezifische Gewicht in ° Bx um. Dieses Verfahren gestattet die Anwendung einer grösseren Menge Brei und ist für den vorliegenden Zweck genügend genau. Empirisch hat man zuvor durch Verdünnen von 1 Teil Schlamm mit $^1/_2$, 1, $1^1/_2$ usw. Teilen Wasser festgestellt, welches spezifische Gewicht einer bestimmten Verdünnung des Schlammes entspricht, und kann so aus dem ermittelten spezifischen Gewicht des Schlammbreies auf dessen Gehalt an festem Schlamm schliessen und somit den Zuckergehalt des Schlammbreies auf den des festen Schlammes umrechnen.

Für Schlamm von etwa 50 % Wasser würde auf diese Weise z. B. festgestellt:

Schlamm mit Wasser verrührt im Verhältnis	1:$^1/_2$	1:1	1:$1^1/_2$	1:2	1:$2^1/_2$	1:3	1:4
Schwere des Schlammbreies ° Bx	56	41	34	28	24	21	17

Wenn demnach der untersuchte Schlammbrei 34,0 Bx und 0,8 % Zucker zeigte, so wäre der Zuckergehalt x des ursprünglichen Schlammes nach dem Ansatz

$$0{,}8 : x = 1 : 2{,}5$$
$$x = 2{,}00\ \%$$

Natürlich kann man das Verhältnis von Verdünnungswasser zu Schlammmenge auch durch direktes Messen des Wassers bestimmen, dieses Verfahren ist ausserdem genauer.

Berechnung der Verluste im Schlamm.

Wöchentliche Verarbeitung: 50000 dz.

Entleerte Pressen: 1000 zu je 400 kg Schlamm der I. Sat.
= 4000 dz = 8 % Schlamm I
200 zu je 250 kg Schlamm der II. Sat.
= 500 dz = 1 % Schlamm II

(Verwendet wurden 2 % Kalk für die I. Saturation, 0,25 % für die II. Saturation, die gefundenen Schlammmengen entsprechen also den angewendeten Kalkmengen).

8 % Schlamm I mit 2,0 Pol. = 0,16 % Zucker
1 % „ II „ 4,0 „ = 0,04 % „
also Verlust in der Saturation = 0,20 % Zucker.

b) Dünnsaft.

Probenahme.

Die Untersuchung des Dünnsaftes hat hauptsächlich den Zweck, die Wirkung der Saftreinigung erkennen zu lassen. Hierfür begnügt man sich aus den beim Diffusionssaft erörterten Gründen in der Regel mit der Feststellung der scheinbaren Reinheit. Wenig Zweck hat es unter den tatsächlich obwaltenden Verhältnissen, etwa auch noch die Reinheit der verschiedenen Zwischenprodukte der Saftreinigung, d. h. also der Säfte nach der I., II. und III. Saturation, für sich festzustellen, da schon in der II. Saturation der Reinigungseffekt oft so gering ist, dass er in die Grenzen der Fehlerquellen bei der Bestimmung der scheinbaren Reinheit

fällt, und da ausserdem die während desselben Zeitraumes an den verschiedenen Stationen zu entnehmenden Saftproben ja nie einander vollkommen entsprechen. Derartige Untersuchungen, die man zuweilen noch vorfindet, stellen also eine recht überflüssige und unnütze Belastung des Laboratoriums dar; man begnügt sich viel besser mit der Feststellung der Gesamtwirkung der Saftreinigung, indem man einerseits den Diffusionssaft, andrerseits den zum Einziehen in die Verdampfapparate gelangenden Dünnsaft untersucht.

Für die Entnahme einer Durchschnittsprobe des Dünnsaftes kann man sich wiederum der Tropf-Vorrichtung nach Schaper bedienen. Diese hat allerdings in diesem Falle den Nachteil, dass sich eine nicht unwesentliche Konzentration der Probe nur schwer oder garnicht vermeiden lässt, weil der heisse Dünnsaft bei der Berührung mit der Luft ziemlich viel Wasser verliert. Man bewirkt daher die Probenahme besser in der Weise, dass man die Dünnsaftleitung an einer passenden Stelle mit einem Probehähnchen versieht, welches durch Gummischlauch und Glasrohr mit dem doppelt durchbohrten Kork einer Sammelflasche verbunden wird, durch dessen andere Bohrung durch eine in eine feine Spitze ausgezogene Glasröhre die verdrängte Luft entweicht. Aus dem Probehahn lässt man von dem durch das Rohr laufenden Dünnsaft ständig eine Probe in das Sammelgefäss tropfen. Für den Fall, dass die Saftzuführung zu dem Verdampfapparat auf längere Zeit unterbrochen wird, muss natürlich der Probehahn geschlossen werden. Die so entnommene Probe ist vor Verdunstung genügend geschützt, ihr spezifisches Gewicht kann dann auch als Anhalt für die Feststellung der Verdünnung des Saftes durch die Absüsser dienen.

Untersuchung.

Wenn der Dünnsaft in sorgfältig reingehaltenen Flaschen gesammelt wird und alkalisch ist, hält er sich längere Zeit, auch ohne Konservierungsmittel, unverändert. Es genügt daher, wenn seine Durchschnittsprobe 1- bis 2-mal in der Schicht untersucht wird. Die Untersuchung beschränkt sich in der Regel auf die Feststellung der scheinbaren Reinheit, der Alkalität und des Kalkgehaltes, in besonderen Fällen wird man auch die wahre Reinheit und den Aschengehalt feststellen wollen.

Scheinbare Reinheit.

Die Dichte des Saftes wird durch Spindelung festgestellt. — Zur Bestimmung des Zuckergehaltes bedient man sich der beim Diffusionssaft beschriebenen Massmethode, indem man, der höheren Reinheit des Dünnsaftes entsprechend, weniger Bleiessig benutzt. Nur in dem kaum denkbaren Falle, dass 10 ccm Bleiessig nicht zur Klärung von 100 ccm Dünnsaft genügen sollten, wird man z. B. das doppelte Normalgewicht mit der entsprechenden Menge Bleiessig und Wasser auf 100 ccm verdünnen und das Filtrat zur Polarisation bringen.

Alkalität.

Die Bestimmung der Alkalität geschieht in der beschriebenen Weise, in der Regel begnügt man sich auch hier damit, nur Volum-Prozente festzustellen, indem man 10 ccm Saft abmisst und untersucht, während man im anderen Falle 10 g des Saftes abwiegen müsste. Es ist zu empfehlen, neben der Alkalität gegen Phenolphtaleïn auch die gegen Rosolsäure festzustellen, welche immer höher ist. Die

wechselnde Grösse der Differenz zwischen beiden Alkalitäten kann, wie erwähnt, zuweilen zur Aufklärung gewisser Vorkommnisse bei der Saftverarbeitung, wie starker Abscheidungen bei der Konzentration des Saftes, starken Alkalitätsrückganges und schweres Kochens, beitragen, denn je grösser die Differenz ist, um so höher ist der Gehalt des Saftes an sauren Salzen des Kalkes und an schädlichen organischen Nichtzuckerstoffen.

Kalkbestimmung.

Die genaueste Methode zur Bestimmung des Kalkes würde die Ausfällung durch oxalsaures Ammonium und Gewichtsbestimmung des schliesslich erhaltenen CaO sein. Für die täglichen Untersuchungen ist diese Methode zu zeitraubend und es wird allgemein die Titration mit Seifenlösung benutzt.

Nach Rümpler (*„Nichtzuckerstoffe“, Braunschweig 1898, 477*) wird die Titration folgendermassen ausgeführt: Man bringt 5 ccm Saft (bei schwach kalkhaltigen Säften ein Vielfaches, bei stark kalkhaltigen Säften einen aliquoten Teil von 5 ccm) in ein Schüttelfläschchen von ca. 225 ccm Inhalt, welches bei 100 ccm eine Marke besitzt, füllt mit kalkfreiem Wasser auf 100 ccm auf und setzt unter jedesmaligem kräftigen Schütteln portionsweise Seifenlösung aus einer Bürette zu, bis ein feinblasiger Schaum von ca. 1 cm Höhe entsteht, der mindestens 5—10 Minuten stehen bleibt. Man erkennt das nahende Ende der Reaktion beim Schütteln schon am Gefühl, da dann der Schlag immer weicher wird, und setzt dann die Seifenlösung nur noch in kleinen Portionen von $^1/_2$—1 ccm zu, bis die Endreaktion erreicht wird. Bei Verwendung der Clark'schen Seifenlösung, bei welcher 45 ccm 12 mg CaO (= 12 Härtegraden) entsprechen, und welche man bekanntlich in der Weise

einstellt, dass 45 ccm der Seifenlösung = 100 ccm einer Lösung von 0,559 g Bariumnitrat in 1 l Wasser sind, ersieht man dann den Kalkgehalt aus folgender Tabelle.

Tabelle 32.

Kalkgehalt in Säften nach Rümpler

(bei Verwendung von 5 ccm Saft).

Verbrauchte Seifenlösung ccm	Kalk Volum-Prozente	Verbrauchte Seifenlösung ccm	Kalk Volum-Prozente	Verbrauchte Seifenlösung ccm	Kalk Volum-Prozente	Verbrauchte Seifenlösung ccm	Kalk Volum-Prozente
10	0,043	20	0,096	30	0,151	40	0,210
11	0,048	21	0,101	31	0,157	41	0,215
12	0,053	22	0,107	32	0,163	42	0,221
13	0,059	23	0,112	33	0,169	43	0,228
14	0,064	24	0,118	34	0,175	44	0,234
15	0,069	25	0,123	35	0,180	45	0,240
16	0,074	26	0,129	36	0,186	46	0,246
17	0,080	27	0,134	37	0,192	47	0,253
18	0,085	28	0,140	38	0,198	48	0,259
19	0,091	29	0,146	39	0,204	49	0,265

Einfacher und für die Zwecke der Praxis genügend genau ist folgende Methode nach J. Wolf *(Vereinszeitschr. 1892, 691)*: Man benutzt eine Seifenlösung*) von dem Gehalt, dass 1 ccm

*) Herstellung von Seifenlösung nach **M.** Müller *(D. Z. 1894, 1310)*: 20 Teile Ätzkali werden in ca. 200 Teilen Alkohol gelöst und sodann 100 Teile bestes Olivenöl hinzugefügt. Das Gemisch wird in einem Kolben, der zweckmässig mit Rückflusskühler oder weitem Steigerohr versehen ist, unter häufigem Umschwenken auf dem Wasserbade bis zur völligen Verseifung des Öles erhitzt. Letztere ist eingetreten, wenn ein Tropfen des Gemisches, mit Wasser verdünnt, sich nicht mehr trübt. Dieser Punkt ist nach kurzem Erhitzen erreicht. Man verdünnt nun in einer Schale mit

Seifenlösung 0,0005 g CaO entspricht. Diese Lösung stellt man auf eine Lösung von 2,1785 g Bariumchlorid ($BaCl_2 + 2$ aq) in 1 l Wasser; 10 ccm der Bariumchloridlösung müssen dann 10 ccm der Seifenlösung entsprechen. In eine Stöpselflasche (Erlenmeyer-Kolben) mit Marke bei 100 ccm gibt man nun 100 ccm destilliertes Wasser und einige Tropfen Ammoniak und vorsichtig, jedesmal zu $^1/_2$ ccm, soviel Seifenlösung, bis ein bleibender Schaum auf dem Wasser entsteht. Jedes Wasser erfordert nämlich einen gewissen geringen Überschuss von Seifenlösung zur Schaumbildung, welcher auf diese Weise festgestellt wird. Nunmehr gibt man zu der Mischung 10 ccm Dünnsaft und setzt wieder Seifenlösung zu bis zur dauernden Schaumbildung. Die Differenz zwischen der insgesamt verbrauchten Menge Seifenlösung und der für das Weichmachen des Wassers nötigen Menge in ccm, multipliziert mit 0,005, gibt den Gehalt von 100 ccm Dünnsaft an CaO in g oder Volum-Prozenten an.

Wasserbestimmung.

Falls man die wahre Reinheit eines Dünnsaftes kennen lernen will, muss man den Wassergehalt bestimmen. In

---

2—3 l Wasser und fügt unter Umrühren solange Chlorcalcium-Lösung hinzu, als noch ein Niederschlag entsteht. Die körnig ausfallende Kalkseife lässt sich leicht durch ein Tuch kolieren oder auf einem Papierfilter sammeln und ist schnell mit kaltem Wasser vollkommen ausgewaschen. Man presst den grössten Teil des anhängenden Wassers durch mässigen Druck ab und verreibt die noch feuchte Seife im Mörser gut mit ca. 40 Teilen calcin. Kaliumcarbonat. Das Gemisch wird dann in einem Kolben mit Rückflusskühler mit 95 %igem Alkohol ausgezogen und schliesslich filtriert. Die klare alkoholische Lösung braucht nun nur mit Alkohol von 60 Volum-Prozenten auf den gewünschten Verdünnungsgrad gebracht zu werden. Die Anwendung schwächeren Alkohols ist abzuraten, da sonst die Seifenlösung leicht Niederschläge absondert und somit den Titer ändert.

einem mit geglühtem groben Quarzsand und Glasstäbchen beschickten, tarierten Porzellanschälchen mehrfach erwähnter Gestalt und Grösse wiegt man schnell, um Verdunstungsverluste zu vermeiden, etwa 10 g Dünnsaft ab, mischt gut durch und trocknet in einer der zu beschreibenden Vorrichtungen bis zur Gewichtkonstanz. Benutzt man einen Trockenschrank mit Luftleere, so darf man anfangs nur ein geringes Vakuum in diesem erzeugen, weil sonst der Saft unter starker Schaumbildung über das Schälchen heraussteigen kann.

Asche.

Für die Aschenbestimmung verfährt man in der bei dem Diffusionssaft näher beschriebenen Weise.

Invertzucker.

In einem in normaler Weise gewonnenen phenolphtaleïnalkalischen Dünnsaft kann Invertzucker nicht vorhanden sein. Sollte eine solche Untersuchung in abnormen Fällen dennoch nötig sein, so würde sie analog den noch zu beschreibenden Invertzucker-Bestimmungen in anderen Produkten auszuführen sein.

D. Verdampfung und Verkochung, Zuckerhausarbeit.

1. Dicksaft.

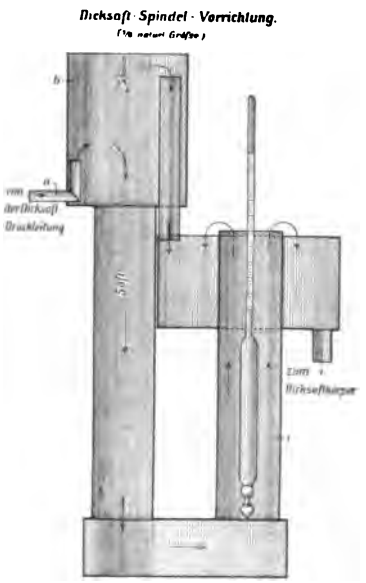
a) Probenahme.

Die Betriebskontrolle dient beim Dicksaft drei wesentlich verschiedenen Zwecken und je nachdem ist die Probenahme verschieden zu gestalten: Zuerst muss man, zur Kontrolle der Leistung der Verdampfstation und damit die Kochstation nicht unnütz belastet wird, ununterbrochen die Dichte des jeweils aus dem letzten Körper abgezogenen Saftes feststellen können, sodann muss die Alkalität des unsaturierten und des saturierten Dicksaftes kontrolliert werden, endlich muss eine vollständige Untersuchung des zum Einzug in die Vakua gelangenden Dicksaftes stattfinden, die sich zweckmässig nicht allein auf die scheinbare, sondern auch auf die wahre Reinheit erstreckt, weil der Dicksaft gleichsam das Ausgangsmaterial für die ganze Zuckerhausarbeit darstellt, bei welcher die Kenntnis der wahren Reinheit, ferner die Kenntnis des zu diesem Zweck zu ermittelnden Wassergehaltes, ungleich bedeutsamer ist, als in den bisher behandelten Stadien der Fabrikation.

Die Bestimmung der Dichte des aus dem Verdampfapparat austretenden Dicksaftes muss ununterbrochen stattfinden können. Einen einfachen Apparat, den man sich für

diesen Zweck leicht anfertigen lassen kann, zeigt Fig. 55 im Durchschnitt. Der Apparat ist auf geeignete Weise mit der Druckleitung der Dicksaftpumpe verbunden. Durch den kleinen Stutzen *a*, welcher nach oben gekrümmt ist, tritt der sehr viel Luft mit sich führende Dicksaft in den Zylinder *b*, wo der luftführende Schaum nach oben steigt

Fig. 55.



und eventuell in die Sammelrinne übersteigt, während der entschaumte Saft nach unten sinkt und in den kommunizierenden Zylinder *c* tritt, in welchem eine Spindel spielt und über dessen oberen Rand er ununterbrochen überläuft. Aus der diesen Zylinder umgebenden Sammelrinne wird der Saft durch Stutzen, Schlauchleitung und Hahn wieder in den Dicksaftkörper mittels Luftleere zurückgeführt.

Demselben Zwecke dient der Dicksaft-Kontrollapparat von Schneider & Helmecke (Fig. 56), welcher aus einem gusseisernen, mit zwei Klappdeckeln versehenen Gefäss besteht, in dessen Mitte sich ein von einer Glasglocke überdecktes Standglas mit zwei Überläufen befindet. Das Stand-

Fig. 56.

glas ist in einem am Gefässboden angeschraubten Metallstück befestigt, welches unten einen Absperrhahn trägt. Dieser ist durch ein Rohr an eine geeignete Stelle des Ablaufrohres der Dicksaftpressen angeschlossen. In dem Gefässe befindet sich

ferner ein Schwimmerventil mit Absperrhahn, welcher die Verbindung mit dem unter Luftleere stehenden Dicksaftkörper herstellt. Ausserdem kann in den Apparat ein Thermometer eingesetzt werden. Der Saft läuft dem Apparat stetig zu, wo die in dem Standglase spielende Spindel seine Dichte bei der mittels des Thermometers abzulesenden Temperatur anzeigt. Der überfliessende Saft sammelt sich in dem Gefässe und wird durch das Schwimmerventil von Zeit zu Zeit selbsttätig nach dem Dicksaftkörper zurückgeführt, ohne dass Luft in diesen mit eingezogen werden kann.

Endlich kann man die Dichte kontrollieren und die Ablesungen gleichzeitig registrieren durch den früher beschriebenen selbsttätigen Dichtemesser Sistem Volquartz. Man verbindet ihn mit dem Druckrohr der Pumpe, den überlaufenden Saft lässt man in einen Behälter fliessen und zieht ihn aus diesem wieder in den Dicksaftkörper zurück. Die Wirkungsweise ist die gleiche wie bei den beiden zuvor beschriebenen Apparaten, da auch in diesem Falle eine (metallene) Spindel in dem stetig zufliessenden Safte spielt. Man kann die Spindlungen direkt an dem auf einer Skala spielenden Zeiger ablesen und nach der beobachteten Temperatur mittels der am Apparat befindlichen Korrektionstabelle korrigieren. Die Korrektion erhöht den Wert der Ablesungen, obwohl sie nicht unbedingt notwendig ist, da die Temperatur des Dicksaftes im normalen Betriebe nicht allzusehr schwankt.

Die Kontrolle der Alkalität des Dicksaftes erstreckt sich sowohl darauf, dass der unsaturierte Dicksaft eine gewisse Höhe der Alkalität unter allen Umständen beibehält, nach welcher man meist die Alkalität des Saftes der III. Saturation regelt, und darauf, dass der saturierte und filtrierte Dicksaft die gewünschte Alkalität besitzt. Diese

Kontrolle muss durch den die Dicksaft-Saturation bedienenden Arbeiter erfolgen, genau in der Weise wie bei den übrigen Saturationen; also bei Einzel-Saturation muss jede Pfanne untersucht werden, bei stetiger Saturation muss die Untersuchung regelmässig in bestimmten Abständen, ausserdem nach jeder Änderung in den Ventilstellungen, in der Höhe des Saftstandes usw. erfolgen. Die Kontrolle dieser Tätigkeit erfolgt auch hier, wie bei der Saturation des Scheidesaftes, durch Stichproben, welche vom Laboratorium aus etwa viermal in der Schicht aus der Dicksaft-Druckleitung und von den Dicksaftpressen entnommen werden.

Für die vollständige Untersuchung des fertigen Dicksaftes entnimmt man eine Durchschnittsprobe, etwa in der für den Dünnsaft beschriebenen Weise mittels eines Probehähnchens aus der Leitung von den Filterpressen. In der Regel wird der Dicksaft in grossen Einzugkästen aufgesammelt, in denen er sich freiwillig mischt, es genügt also auch, wenn man durch die Kocher, die sich ja regelmässig von der Farbe, Klarheit und Schwere des Dicksaftes überzeugen, in Abständen von etwa $^1/_2$ Stunde Proben entnehmen lässt und in einer sauberen, verschlossen gehaltenen Flasche aufsammelt. Der Dicksaft ist natürlich noch haltbarer als der Dünnsaft, und man wird sich daher mit einer Untersuchung der Durchschnittsprobe in der Schicht begnügen können. Die in jeder Schicht stattfindende Untersuchung kann sich auf die Feststellung des scheinbaren Quotienten, der Alkalität gegen Phenolphtaleïn und Rosolsäure und des Kalkgehaltes, letztere beide Bestimmungen der Einfachheit halber in Volum-Prozenten, beschränken. Die als Grundlage für die Beurteilung der Zuckerhausarbeit dienende Untersuchung, die nach Abschluss jeder Betriebswoche stattzufinden

hat, muss wesentlich ausführlicher sein und sich auch auf Bestimmung der wahren Reinheit, eventuell unter Zugrundelegung der Inversionspolarisation, Bestimmung der Asche, der Alkalität und des Kalkgehaltes in Gewichtprozenten, sowie eventuell — bei starkem Rückgang der Alkalität beim Verdampfen oder falls der Dicksaft phenolphtaleïn-sauer ist — auch des Invertzuckers erstrecken. Zu diesem Zwecke sammelt man aus den Schichtproben eine Wochendurchschnittsprobe, indem man von ersterer in jeder Schicht ein gemessenes Volumen in eine verschliessbare Sammelflasche gibt und zum Zweck der Konservierung auf je 1 l Saft 1 ccm Chloroform von Anfang an beifügt.

b) Untersuchung.

Scheinbare Reinheit.

Die Dichte wird durch Spindelung ermittelt. Zur Bestimmung des Zuckergehaltes wiegt man das Normalgewicht in einem Zuckerschälchen ab, spült es verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen, füllt mit dem nötigen Bleiessig und Wasser zur Marke auf und bringt das Filtrat im 200 mm-Rohr zur Polarisation.

Wasserbestimmung.

Zur Berechnung der wahren Reinheit bedarf man der Bestimmung der Trockensubstanz. Man tariert ein trockenes Schälchen aus Nickel oder Porzellan mit flachem Boden von 6—8 cm Durchmesser und senkrechten Wänden von $1^1/_2$—2 cm Höhe mit einem Glasstäbchen, dessen eines Ende pistillartig breitgedrückt ist, und mit ca. 30 g Quarzsand von 1—2 mm Korngrösse. Den Sand hat man vorher durch Glühen vom Wasser befreit und bewahrt ihn in einem mit

Kautschukstopfen verschlossenem Fläschchen auf, oder man trocknet die mit Sand beschickten Schälchen vor der Tarierung 1—2 Stunden im Trockenschrank. Der Sand kann immer wieder benutzt werden, nachdem man ihn mit Wasser, Salzsäure und wieder mit Wasser, bis dieses neutral abläuft, gewaschen hat; man trocknet ihn und reinigt ihn durch Absieben von Staub. Hat man mehrere Bestimmungen nebeneinander zu machen, so trägt es wesentlich zur Beschleunigung der Wägungen bei, wenn man die Tara aller mit Sand und Glasstab beschickten Schälchen annähernd auf ein gleiches rundes Gewicht, also z. B. 50 oder 75 g, bringt. In das Schälchen wiegt man nunmehr schnell 3—5 g Dicksaft ein; Fehler durch Verdunstung sind bei schnellem Arbeiten kaum zu befürchten, will man solche, sowie beim Zurückwiegen Fehler durch Wasseranziehung mit Sicherheit vermeiden, so muss man das Schälchen mit einem ein für allemal tarierten Metalldeckel bedecken, welcher einen kleinen Ausschnitt für den Glasstab besitzt. Dann mischt man auf Glanzpapier den Dicksaft mittels des Glasstäbchens gut mit dem Sande, was man vorteilhaft nach einigem Trocknen, wenn der Saft die Konzentration von Sirup erlangt hat, wiederholt, und trocknet im Trockenschrank bei 105—110° bis zur Gewichtkonstanz, welche auch in den besten Trockenvorrichtungen vor 6 Stunden in der Regel nicht erreicht wird. Das Rückwägen muss schnell geschehen, nachdem die Schälchen eine stets gleichmässig inne zu haltende, möglichst kurze Zeit im Exsikkator zur Abkühlung verweilt haben, da die Trocknungsprodukte äusserst hygroskopisch sind und bei längerem Verweilen sogar im Exsikkator Wasser anziehen können.

Trockenvorrichtungen.

Nach Herzfeld *(Vereinszeitschr. 1893, 130)* bedarf man für die Trocknung von zuckerhaltigen Produkten einer Trockenvorrichtung, in welcher die Innentemperatur der Luft mit Sicherheit auf 105—110 ° gehalten werden kann.

Trockenschränke mit einfacher Wandung erfüllen diese Bedingung niemals, vielmehr ist hierfür ein Trockenschrank mit doppelter Wandung erforderlich. Die empfehlenswerteste Konstruktion dieser Art rührt von Herzfeld her und ist in Fig. 57 dargestellt. Wie aus der Figur hervorgeht, ist für eine geregelte Zirkulation sowohl der durch den Doppel-

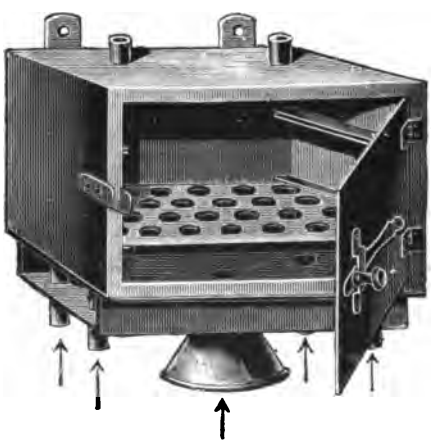
Fig. 57.

mantel strömenden, bei *e* eintretenden, durch den Schornstein *a* austretenden Heizluft als auch der im Ofen wirksamen Innenluft, welche durch den Schieber *d* ein- und durch *c* aus-

tritt, gesorgt, wodurch die volle Gleichmässigkeit der Temperatur und die Abführung der feuchten Luft gewährleistet werden; die Trockenschälchen ruhen, um direkte Übertragung zu hoher Wärmegrade durch das Metall zu verhüten, auf Einlagen aus Asbest. Als Heizmittel kann Gas dienen; da dessen Druck jedoch fast immer starken Schwankungen unterliegt, so muss man durch Einschaltung von Gasdruckreglern, wie des bereits erwähnten Rheostats, oder von Thermostaten für eine gleichmässige Gaszufuhr sorgen. Viel bequemer erhält man aber in solchen Schränken in vielen Fällen eine gleichmässige Temperatur durch Unterstellen einer gewöhnlichen Petroleumlampe.

Einen kleineren, wesentlich billigeren Trockenschrank mit Doppelwandung, welcher sich im neuen „Institut für die Zuckerindustrie“ sehr gut bewährt hat und von H. Hanfland, Berlin, hergestellt wird, stellt Fig. 58 dar. Die in

Fig. 58.

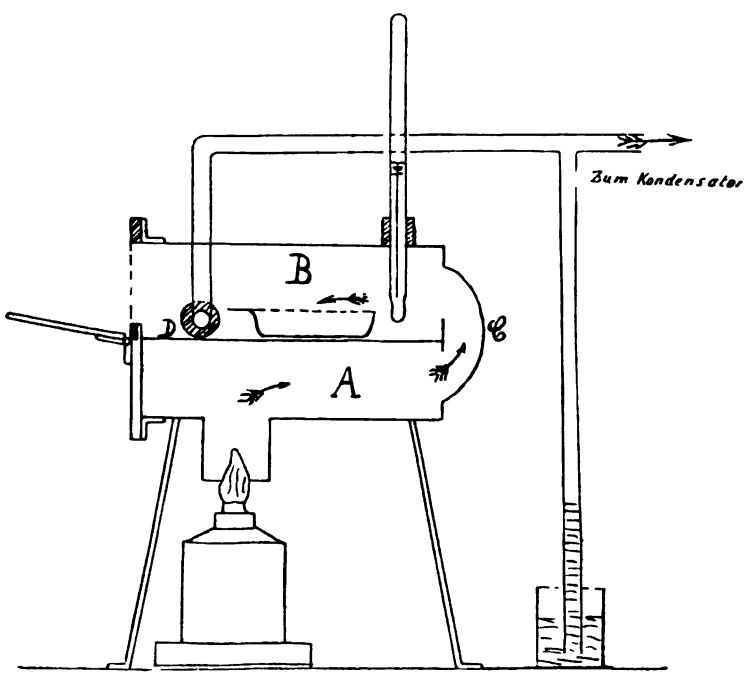


den Trockenschrank eintretende Luft erfährt bei diesem Modell zuvor eine gewisse Anwärmung durch die Verbrennungsgase der Heizquelle.

In derartigen Trockenschränken hat man für die Trocknung von Rohzucker mit 2—3 Stunden, für die von anderen Produkten 4—6 Stunden, bei Zweitprodukt-Füllmassen und Melassen zuweilen wohl auch mit noch längeren Zeiträumen als Trockenzeit zu rechnen. Sehr vorteilhaft wäre es nun, wenn man die Ergebnisse schneller erhalten könnte. Zu diesem Zweck muss man entweder die Strömung der heissen trocknenden Luft sehr beschleunigen oder unter Luftverdünnung trocknen.

Den ersteren Weg schlägt eine neuerdings von Geese vorgeschlagene Konstruktion ein *(Centralblatt 1903/04, 778)*, welche in Fig. 59 skizziert ist. Der Raum *A* ist von dem

Fig. 59.



Raum *B* durch eine Scheidewand getrennt und durch das Rohrstück *C* verbunden. *A* ist mit feinen Drahtnetzen ausgefüllt, welche als Temperaturausgleicher wirken. Bei *D* tritt ein Glasrohr ein, welches bis zur Mitte des Trockenschrankes geht und durch welches die Gase abgesaugt werden. Den Zug wählt man zweckmässig so stark, dass er in einem Glasrohre von 5 mm l. W. einer Wassersäule von 5—6 cm das Gleichgewicht hält. Im Trockenschrank herrscht dann ein Zug von 2—4 mm Wassersäule. Die Tür des Trockenschrankes muss durch einen Asbestring gut abgedichtet sein. Bei einiger Vorsicht gelingt es leicht, eine Temperatur von 107—110 ° gleichmässig zu erhalten. Durch diese Vorrichtung soll es möglich sein, die Trockendauer um ungefähr 4 Stunden zu verkürzen, da Füllmassen, Melassen und ausgelaugte Schnitzel nur 2—2½ Stunden, Erstprodukt-Zucker nur 20 Minuten zum vollkommenen Trocknen beanspruchten.

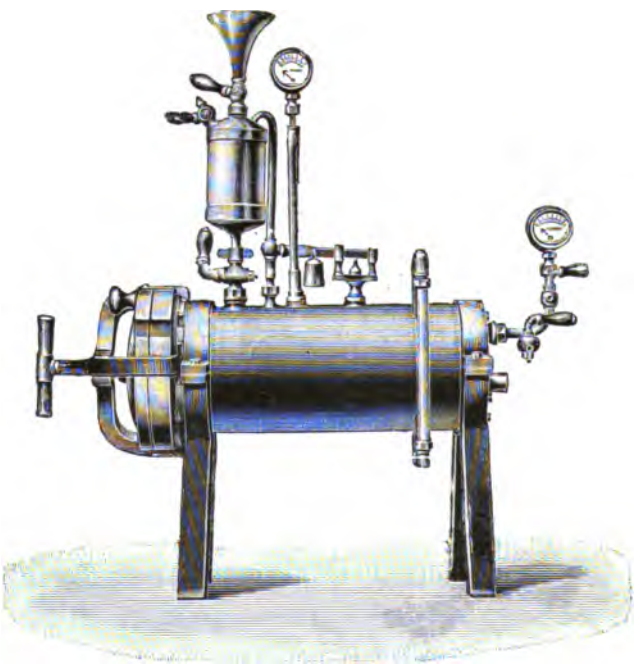
Ein Hauptnachteil der unter gewöhnlichem Druck arbeitenden Trockenschränke ist es, dass man sich ihrer nicht bei stark invertzuckerhaltigen und sauren Stoffen bedienen kann, da bei den Temperaturen von 105—110 ° unter gewöhnlichem Druck eine Zersetzung dieser Stoffe (Oxydation?) unter Wasserabspaltung eintritt und demnach der Wassergehalt zu hoch befunden wird. Aus diesem Grunde sind für die Zuckerfabriklaboratorien Vakuum-Trockenschränke am vorteilhaftesten, in denen zugleich eine wesentliche Beschleunigung der Trocknung statthat.

Ein empfehlenswertes Modell dieser Art ist das des Vereinslaboratoriums. Es besteht aus einem horizontal liegenden, zylindrischem Metallrohr, welches von einem Doppelmantel umgeben ist. Den Verschluss bildet ein entweder durch eingelegten Gummiring abgedichteter oder konisch,

nach Art eines Ventilkegels, eingeschliffener kreisrunder Deckel, welcher mittels eines Bügels und Schraube angezogen wird. Der Innenraum ist durch die erforderlichen Hähne mit der Luftleere, der Aussenluft und einem Manometer in Verbindung zu setzen, für die Aufnahme der Trockenschälchen dienen, je nach Durchmesser, 1 oder 2 einschiebbare gelochte Einlagen. In einer unter diesen Böden befindlichen muldenförmigen Einlage soll gebrannter Kalk in den Trockenschrank eingeführt werden, welcher die Wasserdämpfe z. T. absorbieren soll; dies kann jedoch wenig empfohlen werden, weil der gebrannte Kalk nach seiner Umwandlung in Hydrat leicht zu stäuben anfängt, ausserdem ist die Einführung einer hygroskopischen Substanz meistens unnötig, weil es doch kaum gelingt, die Trockenschränke so dicht zu machen, dass die Luftzirkulation ganz aufhört. — Der Doppelmantel kann entweder mit Toluol (Siedepunkt 111 °) oder, da Toluol sehr feuergefährlich ist, mit wasserhaltigem Glycerin $\left\{\begin{matrix}60\ \% \\ 55\ \%\end{matrix}\right.$ Glycerin, Siedepunkt $\left\{\begin{matrix}109{,}0\ \text{C. } s = 1{,}157 \\ 107{,}7\ \text{C. } s = 1{,}143\end{matrix}\right.$ als Heizmittel beschickt werden, die Höhe der Füllung ist an einem Wasserstandsrohr ersichtlich; ein aufgesetzter Kühler verdichtet die entweichenden Dämpfe von Toluol oder Wasser. Nach dem Vorschlage von Baumann *(Korresp.-Bl. 1903, 267)* erzeugt man die erforderliche Temperatur vorteilhafter, indem man in dem Doppelmantel Wasser unter einem Überdruck von $^1/_2 - ^2/_3$ Atm., welchen man in gewissen Grenzen regulieren kann, sieden lässt. Einen derartigen, dem oben beschriebenen im übrigen ganz ähnlichen, von H. Hanfland hergestellten Vakuum-Trockenschrank zeigt Fig. 60. Ebensogut kann natürlich Dampf von etwa 105 — 110 ° zur Heizung des Doppelmantels benutzt werden, wenn solcher

zur Verfügung steht, was ja in Zuckerfabriken fast immer der Fall ist. Der Heizmantel muss dann einen Hahn oder Ventil für Dampfeintritt und einen solchen für Kondenswasseraustritt besitzen.

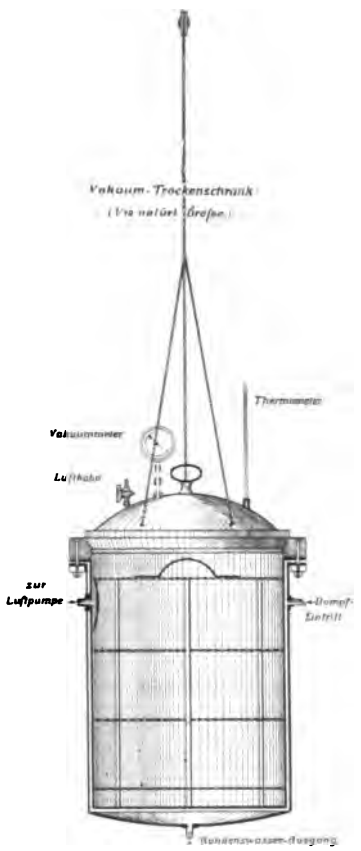
Fig. 60.



Vorteilhafter baut man jedoch die Vakuumtrockenschränke mit Dampfheizung vertikal stehend, weil dann das Kondenswasser schneller und sicherer abgeführt werden kann. Einen solchen Schrank, der wohl in jeder Fabrikwerkstatt selbst angefertigt werden kann, stellt Fig. 61 im Durchschnitt dar. Der Schrank ist gebildet von einem Stück Metallrohr von 250 mm Durchmesser und 350 mm Höhe mit unterem Boden, welches durch einen eingeschliffenen, in der vorliegenden Ausführung gegossenen, Deckel verschlossen wird,

welcher durch seine eigene Schwere abdichtet; der Deckel ist zur leichteren Handhabung durch ein über eine Rolle geführtes Drahtseil nebst Gegengewicht beweglich. Zur Aufnahme der Trockenschälchen dient ein mit Handgriff versehener Einsatz

Fig. 61.



von mehreren Etagen. An den Flanschring des Innenrohres ist durch Schrauben und Gummidichtung der (kupferne) Heizmantel angeschlossen. Alles übrige ist aus der Figur ersichtlich. Damit beim Anstellen oder Abstellen des Schrankes die

Luftleere oder die eintretende Luft nicht zu heftig auf einzelne Stellen des Inneren wirkt und nicht durch Verstäuben von Sand usw. die Genauigkeit der Untersuchungen beeinträchtigt wird, können an den betreffenden Eingängen in der angedeuteten Weise Schutzbleche angebracht werden. Ein Schrank in den angeführten Dimensionen kann gleichzeitig eine sehr grosse Anzahl von Trockenbestimmungen aufnehmen. In Rohzuckerfabriken, in welchen die Luftpumpe nur einige Monate des Jahres zur Verfügung steht, macht es Schwierigkeiten, in so grossen Schränken durch Wasserstrahlpumpen eine genügende Luftleere herzustellen und aufrecht zu erhalten, es ist daher empfehlenswert, den Schrank in dieser Zeit, wo ja meistens nur wenig Wasserbestimmungen nötig werden, als Trockenschrank mit zwangläufiger Zirkulation erhitzter Luft zu betreiben, indem man mittels der Wasserstrahlpumpe Luft hindurchsaugt, welche in der Weise erhitzt wird, dass man sie etwa durch eine in den Heizmantel eingeführte Metallschlange leitet. Schliesslich verdient noch erwähnt zu werden, dass man auch in Vakuumtrockenschränken die Innentemperatur auf 105—110 ° halten muss, weil die Nichtzuckerstoffe der Füllmassen usw. einen gewissen Rest Wasser als Kristallwasser zurückhalten, welchen sie, unter Luftdruck wie unter Luftleere, erst bei einer gewissen Temperatur abgeben. Da nun die Methode der Wasserbestimmung in den zuckerhaltigen Stoffen eine rein konventionelle ist, so muss auch in Schränken jeder Art die vorgeschriebene Temperatur innegehalten werden. Die Temperatur für die Trocknung muss möglichst gleichmässig gehalten werden, wenn vergleichbare Ergebnisse erzielt werden sollen, da man z. B. bei 110 ° in Füllmassen und Melassen schon nicht unbeträchtlich mehr Wasser finden kann als bei 105 °.

Inversionspolarisation.

Das Ergebnis der direkten Polarisation gibt uns bekanntlich nicht immer den wahren Gehalt einer Substanz an Zucker an, weil das Drehungsergebnis durch die begleitenden rechts- oder linksdrehenden Nichtzuckerstoffe beeinflusst wird. Den Einfluss der wichtigsten rechtsdrehenden Begleitstoffe, der Dextrose und Raffinose, und des wichtigsten linksdrehenden, des Invertzuckers, kann man aber erkennen und feststellen durch die Inversionspolarisation nach Clerget. Die Inversionspolarisation und die Berechnung des Zuckergehaltes aus dieser durch die Clerget-Formel ist daher ein wertvolles Hilfsmittel zur Beurteilung der Menge der drehenden Nichtzuckerstoffe in den Produkten der Zuckerfabrikation, welche durch die Saftreinigung von einem Teil der Nichtzuckerstoffe befreit sind, unter der Annahme, dass die übrig gebliebenen Nichtzuckerstoffe (in Betracht kommen besonders rechtsdrehende Überhitzungsprodukte des Zuckers) ebenso wie Dextrose und Invertzucker durch die Inversion nicht in ihrem Drehungswerte beeinflusst werden. Für die in hohem Grade von Pektinsubstanzen begleiteten Ausgangstoffe der Fabrikation (Schnitzel, Diffusionssaft) kann man diese Annahme keineswegs gelten lassen, und aus diesem Grunde ist es auch ausgeschlossen, die Ausbeutezahlen auf die Inversionspolarisation der Endprodukte zu berechnen, wie es wohl eigentlich richtiger wäre. Man muss vielmehr für eingeführten und gewonnenen Zucker die direkte Polarisation als Grundlage beibehalten, in der Hoffnung, dass der Einfluss der begleitenden Nichtzuckerstoffe in Ausgang- und Endprodukten sich relativ ausgleiche.

Die Inversionspolarisation wird für Dicksaft und ebenso für alle übrigen Produkte wie folgt ausgeführt: Es wird das

halbe Normalgewicht abgewogen und unter Zusatz von 75 ccm Wasser im Hundertkolben gelöst. Darauf werden unter Umschütteln 5 ccm Salzsäure von 38,8 % HCl (1,188 spez. Gew.) zugesetzt, möglichst schnell in einem etwas über 70 ° warmen Wasserbad auf 67—70 ° angewärmt, wozu etwa 2—3 Minuten erforderlich sind, und darauf unter Umschwenken des Kolbens 5 Minuten die Temperatur auf 67—70 °, und zwar nach Möglichkeit immer auf 69 °, erhalten. Dann wird rasch abgekühlt, das Thermometer mit destilliertem Wasser abgespült und mit diesem zur Marke aufgefüllt. Ist die entstandene Lösung nicht hell genug zur Polarisation im 200 mm-Rohr, so wird mit Reinigungskohle (möglichst nicht über 2 g) geklärt, indem man die Lösung unter häufigem Schütteln eine bestimmte Zeit damit in Berührung lässt*). Für die Reinigungskohle muss man für dieselbe Zeitdauer der Berührung den Absorptionsfaktor für invertierte Saccharose ermitteln und den gefundenen Wert den ermittelten Linksdrehungen zuzählen. Blutkohle empfiehlt sich als Klärungsmittel nicht, da sie mehr Invertzucker als die Reinigungskohle absorbiert. Die Beobachtung der geklärten Lösung geschieht in Glasröhren mit Wassermantel, indem man vor und nach jeder Ablesung zur Ermittlung der Temperatur ein in $^1/_{10}$-Grade geteiltes Normal-Thermometer einige Minuten in den Tubus des Rohres einführt.

Aus direkter Polarisation und Inversionspolarisation berechnet man den Zuckergehalt nach der (verbesserten) Formel von Clerget

$$Z = \frac{100\,S}{142{,}66 - \frac{t}{2}}$$

*) Reinigungskohle wird nach Vivien's Vorschlag hergestellt, indem man frische, gesiebte Knochenkohle mit überschüssiger Salzsäure digeriert, darauf gründlich (zuletzt mit etwas Ammoniak) auswäscht, trocknet und unter Luftabschluss glüht.

wobei S die Summe der direkten und der Inversionspolarisation (beide natürlich auf ganzes Normalgewicht bezogen) und t die Temperatur der Lösung bei der Beobachtung ist.

Hat man Grund, die Gegenwart von Raffinose anzunehmen (in Fabriken mit Melasseentzuckerung), so dient zur Berechnung die Raffinoseformel

$$Z = \frac{0{,}5124\,P + J_{20}}{0{,}839},$$

wo P die direkte Polarisation, J_{20} die bei einer Beobachtungstemperatur von 20° festgestellte Inversionspolarisation bedeutet. Hat man bei einer von 20° abweichenden Temperatur t die Inversionspolarisation $= J_t$ gefunden, so berechnet sich nach Hammerschmidt

$$J_{20} = J_t + 0{,}0038 \,.\, S \,.\, (20 - t),$$

wobei S wieder die Summe von direkter und Inversionspolarisation bedeutet.

Die Menge der wasserfreien Raffinose beträgt

$$R = \frac{P - z}{1{,}852}.$$

Wahre Reinheit.

Aus Trockensubstanz und Polarisation berechnet man in bekannter Weise die wahre Reinheit. Je nachdem man die direkte oder die Inversionspolarisation bei der Rechnung einsetzt, erhält man, wie ersichtlich, verschiedene Werte. Um Irrtümer in Veröffentlichungen auszuschliessen, empfiehlt es sich daher, nach einem Vorschlag Claassen's die verschiedenen Berechnungsarten, durch welche die betreffende Reinheit erhalten wurde, durch folgende Symbole zu charakterisieren.

$$\frac{P}{Bx} = \frac{\text{Polarisation}}{\text{Brix-Spindelung}}$$

= scheinbare Reinheit bei direkter Polarisation.

$$\frac{\text{Cl}}{\text{Bx}} = \frac{\text{Clerget-Polarisation}}{\text{Brix-Spindelung}}$$

= scheinbare Reinheit bei Inversionspolarisation.

$$\frac{\text{P}}{\text{Tr.-S}} = \frac{\text{Polarisation}}{\text{Trocken-Substanz}}$$

= wahre Reinheit bei direkter Polarisation.

$$\frac{\text{Cl}}{\text{Tr.-S}} = \frac{\text{Clerget-Polarisation}}{\text{Trocken-Substanz}}$$

= wahre Reinheit bei Inversionspolarisation.

Asche.

Die Aschenbestimmung im Dicksaft erfolgt nach der Sulfatmethode mit 5—10 g Dicksaft in einem Platinschälchen von 60—80 ccm Inhalt, genau in der beim Diffusionssaft angegebenen Weise. Bei einiger Übung kann man davon absehen, den Dicksaft erst noch zur Sirup-Konsistenz einzuengen, wenn man das Gemisch von Dicksaft und Schwefelsäure in der mit der Tiegelzange gehaltenen Platinschale zuerst nur sehr vorsichtig über einer kleinen Flamme erhitzt und die Erhitzung jedesmal unterbricht, wenn ein stärkeres Schäumen beginnen will. In kurzer Zeit erhält man dann, ohne irgendwelche Gefahr des Übersteigens, eine feste Kohle, welche im Ofen vollständig verascht wird.

Organischer Nichtzucker.

Nach Bestimmung von Zucker, Wasser und Asche stellt die an 100 Teilen fehlende Menge der Substanz den organischen Nichtzucker dar. Diese indirekte Bestimmung ist natürlich mit sehr starken Fehlerquellen behaftet und ist ausserdem überhaupt falsch, da die Kohlensäure dabei der Asche zugerechnet wird, während sie doch fast ganz den organischen Substanzen entstammt. Diese Berechnungsweise des orga-

nischen Nichtzuckers ist jedoch bisher die einzig übliche geblieben.

Alkalität.

Man bestimmt die Alkalität für die täglichen Untersuchungen nach Volum-Prozenten mit Phenolphtaleïn und Rosolsäure als Indikatoren, indem man 10 ccm Dicksaft, eventuell unter Verdünnung mit neutralem Wasser, titriert. — Für die Wochendurchschnitts-Untersuchung stellt man die Gewichtprozente fest.

Kalk.

Auch hier begnügt man sich für die täglichen Untersuchungen mit Feststellung der Volum-Prozente in der für Dünnsaft angegebenen Weise, dem höheren Kalkgehalt entsprechend nimmt man aber nur 5 oder 2 ccm für die Untersuchung. — Für die vollständige Analyse stellt man gleichfalls Gewichtprozente fest.

Invertzuckerbestimmung.

Die Bestimmung des Invertzuckers kann notwendig werden, wenn aus irgend einem Grunde der Dicksaft phenolphtaleïn-sauer ist und ferner zur Aufklärung hoher und unbestimmbarer Verluste, die etwa als Wirkung der hohen Temperaturen in der Verdampfung zu suchen wären.

Für die **gewichtsanalytische Invertzuckerbestimmung** verwendet man in allen Fällen 10 g Substanz zu 50 ccm gelöst. Handelt es sich um Stoffe, deren Lösungen keine mit Bleiessig fällbaren Substanzen enthalten (manche Proben von Zucker), so löst man 20 g zu 100 ccm, filtriert (die Filtration darf niemals unterlassen werden, da mechanische

Verunreinigungen das Resultat beeinflussen können) und verwendet 50 ccm des Filtrates. Bei Stoffen, welche mit einem geringen Überschuss von Bleiessig geklärt sind, kann man direkt das für die Polarisation hergestellte Filtrat benutzen, von dem man 38,4 ccm (wenn das einfache Normalgewicht auf 100 ccm verdünnt war) mit Wasser auf 50 ccm bringt. Alle anderen Stoffe, welche mit einem grösseren Überschuss von Bleiessig geklärt sind, also auch Dicksaft, müssen von diesem Überschuss durch Zusatz von Sodalösung befreit, „entbleit" werden. Man löst 25 g mit Bleiessig zu 100 ccm, entbleit 60 ccm und füllt sie auf 75 ccm auf und benutzt 50 ccm des Filtrates = 10 g ursprüngliche Substanz, zur Analyse.

Diese werden mit 50 ccm frisch gemischter Fehling'scher Lösung*) in einem Erlenmeyer-Kolben von ca. 300 ccm Inhalt gebracht, gut umgeschwenkt und möglichst rasch über einem Drahtnetz, welches eine Asbestpappe mit kreisförmigem Ausschnitt von 6,5 cm Durchmesser bedeckt, unter Benutzung eines Dreibrenners zum Sieden erhitzt. Sobald in 3—4 Minuten der Siedepunkt erreicht ist, wobei man von dem Augenblick an rechnet, wo Blasen nicht nur aus der Mitte, sondern auch am Rande des Gefässes aufsteigen, wird genau 2 Minuten mit der kleineren Flamme eines Einbrenners im Kochen erhalten. Alsdann wird die Kochflasche sofort von der Flamme entfernt und 100 ccm kaltes, luftfreies, destilliertes Wasser zugegeben, um rasch abzukühlen und jede nachträgliche Abscheidung von Kupferoxydul zu verhindern, und sofort filtriert. Man filtriert in der bekannten Weise in ein mit Asbest beschicktes Röhrchen (Originalvorschrift siehe

*) Herstellung der Fehling'schen Lösung siehe S. 245.

Vereinszeitschr. 1890, 447) oder auf ein Papierfilter und oxydiert den Niederschlag durch Glühen zu Kupferoxyd, welches man bei geringeren Mengen direkt wiegen kann, während man grössere Mengen zuvor zu metallischem Kupfer reduziert. Für den Befund an Cu entnimmt man den entsprechenden Prozentgehalt an Invertzucker aus der von Herzfeld ermittelten Tabelle *(Vereinszeitschr. 1890, 449)*. Um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, müssen die angegebenen Bedingungen für das Kochen peinlich genau inne gehalten werden.

Bei der Bestimmung des Kupfers als Kupferoxyd entsteht eine wesentliche Fehlerquelle dadurch, dass beim Glühen kleine Klümpchen Kupferoxyd entstehen, die wechselnde Mengen des Oxyduls einschliessen und dessen Oxydation verhindern. Völlig zuverlässige Zahlen erhält man durch die Glühmethode nach Prager bei folgendem Verfahren: Man sammelt das Oxydul auf einem Doppelfilter, wäscht aus, trocknet, bringt den Niederschlag möglichst vollständig auf ein Glanzpapier und verascht das Filter für sich im Platintiegel; die Asche lässt sich mittels eines ausgeglühten Platindrahtes zu einem feinen Pulver zerdrücken. Dann bringt man das Kupferoxydul vom Glanzpapier in den Tiegel und erhitzt nun mit einer ganz kleinen Flamme unter stetem Rühren mit einem ausgeglühten Platindraht, wobei sich das Oxydul in ein ganz feines Pulver von Oxyd verwandelt; wenn dies geschehen ist, erhitzt man den bedeckten Tiegel noch einige Minuten mit grösserer Flamme und führt dann die Analyse in bekannter Weise zu Ende. (v. Lippmann, *Chemie der Zuckerarten 1904, 597.)* — Zu beachten ist noch, dass das Filter Spuren der Kupferlösung hartnäckig festhält, man bestimmt daher ein- für allemal den Glührückstand

(nach Behandlung mit Fehling'scher Lösung und Auswaschen) für die Sorte Filter, welche man benutzt, und bringt dessen Menge von der ermittelten Gesamtmenge des Kupferoxyds vor der Umrechnung auf Cu in Abzug.

Enthält eine Substanz mehr als 1,5 % Invertzucker, was in normalen Produkten der Rohzuckerfabrikation nie vorkommen wird, so muss man sich einer etwas abgeänderten Bestimmungsmethode bedienen, indem man weniger als 10 g der Substanz zur Untersuchung bringt. *(Vereinszeitschr. 1883, 765; 1889, 734)*, da die Herzfeld'schen Zahlen nur für Lösungen gelten, welche nicht über 1,5 % Invertzucker enthalten.

Da die gewichtanalytische Invertzuckerbestimmung sehr zeitraubend ist, hat man dafür **massanalytische Methoden** vorgeschlagen.

Nach der Methode von Soxleth stellt man den Titer der Fehling'schen Lösung auf die oben beschriebene (S. 245) 0,2%ige Invertzuckerlösung und benutzt dann die Fehling'sche Lösung zur Titrierung einer ca. 1 % Invertzucker haltenden Lösung der Substanz. Zu dem Zweck muss man zuerst den Gehalt an Invertzucker der zu prüfenden Lösung annähernd feststellen, indem man 50 ccm Fehling'sche Lösung in einer tiefen Porzellanschale zum Kochen erhitzt und von der zu untersuchenden Lösung portionsweise soviel zusetzt, bis nach 2-minutigem Kochen die Flüssigkeit nicht mehr blau erscheint. Nach dem Ergebnis dieser Vorprüfung verdünnt man eventuell die Lösung so, dass sie nur noch 1 % Invertzucker enthält. Wenn also z. B. zur Entfärbung von 50 ccm Fehling'scher Lösung, (welche nach dem Ergebnis der Einstellung genau 0,247 g Invertzucker entsprechen soll),

16,5 ccm der zu untersuchenden Lösung gehört hätten, so enthielte letztere nach dem Ansatz

$$16{,}5 : 0{,}247 = 100 : x$$

$$x = 1{,}50\ \%\ \text{Invertzucker}$$

und wäre auf das $1^1/_2$-fache Volumen zu bringen. Nunmehr erhitzt man wiederum 50 ccm Fehling'sche Lösung in der angegebenen Weise zum Sieden, setzt die der Vorprobe entsprechende Menge der Zuckerlösung zu, kocht 2 Minuten und filtriert durch ein grosses Faltenfilter (hat die Vorprobe weniger als 1 % Invertzucker ergeben, so verfährt man gleich mit der Vorprobe auf diese Weise). Das Filtrat prüft man durch den Augenschein, wenn dieser versagt, durch die früher beschriebene Probe mit Ferrocyankalium in essigsaurer Lösung auf Kupfer. Ist noch Kupfer vorhanden, so nimmt man mit etwas mehr der Zuckerlösung, ist alles Kupfer ausgefällt, mit etwas weniger der Zuckerlösung eine neue Probe in derselben Weise vor, bis die Ergebnisse zweier Proben, zwischen denen das Kupfer gerade vollständig ausgefällt war, nur noch um 0,1 ccm Zuckerlösung abweichen; das Mittel davon benutzt man zur Berechnung. Für Lösungen, welche sehr wenig Invertzucker enthalten, verfährt man besser unter Anwendung von nur 10 ccm Fehling'scher Lösung in analoger Weise.

Beispiel: 50 ccm Fehling'sche Lösung entsprechen nach der Einstellung 0,247 g Invertzucker,

50 ccm Fehling'sche Lösung werden durch 80 ccm der Zuckerlösung vollständig von Cu befreit,

also entsprechen 80 ccm der Lösung 0,247 g Invertzucker.

$$80 : 100 = 0{,}247 : x$$

$$x = 0{,}31\ \text{g Invertzucker}$$

d. h. 100 ccm der untersuchten Flüssigkeit enthalten 0,31 g Invertzucker.

Bedeutend schneller und einfacher ist die titrimetrische Invertzuckerbestimmung nach Stolle (*Vereinszeitschr. 1901, 111*), welche auf der Bestimmung des gelöst bleibenden Kupfers der Fehling'schen Lösung nach der Methode von Parkes beruht.

Blaue ammoniakalische Kupferoxydlösungen werden durch Cyankali, unter Bildung des farblos löslichen Kaliumkupfercyanürs, entfärbt, gemäss folgender Reaktionsformel

$$2\,(Cu\,N_2\,O_6\,.\,4\,N\,H_3) + 5\,K\,C\,N + H_2\,O$$
$$= Cu_2\,(C\,N)_2\,.\,2\,K\,C\,N + K\,C\,N\,O + 2\,K\,N\,O_3 + 2\,N\,H_4\,N\,O_3 + 6\,N\,H_3$$

Zur Ausführung bedarf man einer Cyankalilösung, welche man auf eine Kupfervitriollösung einstellt.

Cyankalilösung. Diese wird durch Auflösen von 100 g reinstem käuflichen Cyankali (98 %) zu 1 l hergestellt, und diese „Normallösung" zur Analyse selbst auf eine $^1/_5$-Normallösung verdünnt.

Die Kupferlösung zur Titerstellung wird hergestellt, indem 7,867 g unverwittertes Kupfervitriol (möglichst frisch hergestellte kleine, zwischen Fliesspapier abgepresste und getrocknete Kristalle) in Wasser gelöst und mit soviel Ammoniak und einer wässrigen Auflösung von Ammoniumkarbonat (1 : 5), dass die tiefblaue Farbe des Kupferoxydammoniaks entsteht, zu 500 ccm aufgefüllt werden. Je 1 ccm dieser Lösung entspricht alsdann 0,004 g metallischem Kupfer.

Zur Titerstellung werden 50 ccm dieser Kupfervitriollösung in eine Porzellanschale gebracht und aus einer in $^1/_{10}$ ccm geteilten Bürette langsam $^1/_1$-Normal-Cyankalilösung unter lebhaftem Umrühren zugefügt. Die anfangs tiefblaue Lösung wird nach und nach heller und nimmt einen violetten Ton an. Dies ist das Zeichen der nahen

Vollendung der Reaktion. Nun fährt man mit tropfenweisem Zugeben der Cyankalilösung fort, bis die in der Porzellanschale befindliche Flüssigkeit nur noch äusserst schwach violett gefärbt ist. Tritt nach einigen Sekunden völlige Entfärbung ein, so ist die Reaktion beendigt, andernfalls erreicht man die Beendigung der Reaktion durch Zusatz noch eines Tropfens der Lösung. Die Zahl der verbrauchten ccm zeigt an, wieviel Cyankalilösung erforderlich war, um die Lösung von $50 \times 0{,}004 = 0{,}2$ g Cu zu entfärben. Durch Division erfährt man dann die für 1 ccm entsprechende Menge von Cu. Diese Zahl ist der Titer der Normallösung, den Titer der $^1/_5$-Lösung erhält man durch Division mit 5.

Beispiel: 50 ccm der Titer-Kupfervitriollösung verbrauchen 22,52 ccm Cyankalilösung. Deren Titer ist dann

$$\frac{0{,}2}{22{,}52} = 0{,}00887$$

oder 1 ccm der Normal-Cyankalilösung entspricht 0,00887 g Cu.

Um das Kupfer der Fehling'schen Lösung in Kupferoxydammoniak überzuführen, braucht man für die Untersuchungen noch folgende Ammoniak-Ammoniumkarbonatlösung: 100 ccm konzentriertes Ammoniak werden mit 50 g reinem Ammoniumkarbonat zu 500 ccm gelöst.

Zur Ausführung der Invertzuckerbestimmung arbeitet man nun mit einer in der oben angegebenen Weise hergestellten Lösung der betreffenden Substanz, welche 10 g in 50 ccm enthält, indem man diese 50 ccm genau nach der Herzfeld'schen Vorschrift mit 50 ccm Fehling'scher Lösung 2 Minuten kocht. Dann wird die Flamme entfernt und 50 ccm kaltes Wasser hinzugegossen, alles sofort verlustlos in einen 250 ccm-Messkolben gespült und durch Einstellen

in kaltes Wasser schnell auf Normaltemperatur abgekühlt. Nachdem zur Marke aufgefüllt ist, wird durch ein dichtes Filter filtriert, 50 ccm in eine Porzellanschale pipettiert, dann gibt man 40 ccm der nach obiger Vorschrift bereiteten Ammoniaklösung hinzu und titriert mit $^1/_5$-Normallösung das nicht reduzierte Kupfer zurück. Die Zahl der verbrauchten Kubikzentimeter $^1/_5$-Lösung wäre durch 5 zu dividieren, um sie auf Normallösung zu reduzieren, und dann mit 5 und dem Titer der Normallösung zu multiplizieren, da man unter der angegebenen Verdünnung nur den 5. Teil des übrig gebliebenen Kupfers bestimmt hat. Man braucht also nur die Zahl der verbrauchten Kubikzentimeter mit dem Titer zu multiplizieren, um die Anzahl Gramm des übrig gebliebenen Kupfers zu erhalten. Zieht man diese Zahl von der bekannten Menge des in 50 ccm der Fehling'schen Lösung enthaltenen Kupfers ab, so erhält man die Menge des durch den vorhandenen Invertzucker reduzierten Kupfers, nach welcher man aus der Herzfeld'schen Tabelle den Prozentgehalt an Invertzucker abliest. Der Gehalt von 50 ccm Fehling'scher Lösung an Cu beträgt rechnungsmässig 0,44026 g, ist jedoch bei neu hergestellten Lösungen nach Art der obigen Titerstellung zu kontrollieren; wenn man immer nur geringe Mengen (1 l) Kupferlösung herstellt, kann ihr Titer als konstant betrachtet werden.

Beispiel: 25 g Dicksaft wurden mit Bleiessig geklärt und entbleit, sodass schliesslich 10 g, auf 50 ccm gelöst, zur Untersuchung kamen. Verwendet wurde zur Rücktitrierung des Kupfers die erwähnte Normallösung vom Titer 1 ccm = 0,00887 Cu. Es wurden verbraucht 44,0 ccm

ursprünglich vorhandenes Kupfer	= 0,4403
zurücktitriert Kupfer 44,0 . 0,00887	= 0,3903
durch Invertzucker reduziert	= 0,0500 Cu.

50 mg Cu entsprechen nach Herzfeld einem Invertzuckergehalt von 0,05 %.

2. Brüden- und Kondenswässer.

Bei der Verdampfung können mechanische Zuckerverluste eintreten durch Überreissen oder Überkochen von Saft, oder — in Ausnahmefällen — durch Undichtigkeiten der Heizkörper. In diesen Fällen wird sich Zucker in den Brüden- und Kondenswässern der Verdampf- und Verkochapparate oder (zugleich auch durch Überreissen in den Vakuumapparaten verursacht) in dem Fallwasser zeigen. Daher ist eine ständige Kontrolle dieser Wässer auf Zuckergehalt geboten.

Die Gegenwart von Zucker in den Brüden- oder Kondenswässern ist im regelmässigen Betriebe eigentlich nur durch Unvorsichtigkeit bei der Bedienung des Verdampfapparates möglich und lässt sich feststellen durch Stichproben, welche man in jeder Schicht wiederholt in regelmässigen Abständen, ferner bei jeder in der Verdampfung auftretenden Störung aus den Kondenstöpfen, speziell denen des Verdampfapparates, mittels der daran befindlichen Probehähne entnimmt. Auch sehr geringe Spuren von Zucker kann man dann nachweisen, indem man einige Kubikzentimeter der abgekühlten Proben der α-Naphtolprobe in der bei der alkoholischen Extraktion beschriebenen Weise unterzieht.

Jeder einigermassen nennenswerte Verlust an Zucker, welcher in den genannten Wässern entsteht, macht sich mit Sicherheit kenntlich durch die bekannten Erscheinungen, welche dieses Wasser bei seinem Gebrauch als Kesselspeisewasser hervorruft, durch den dabei auftretenden eigenartigen

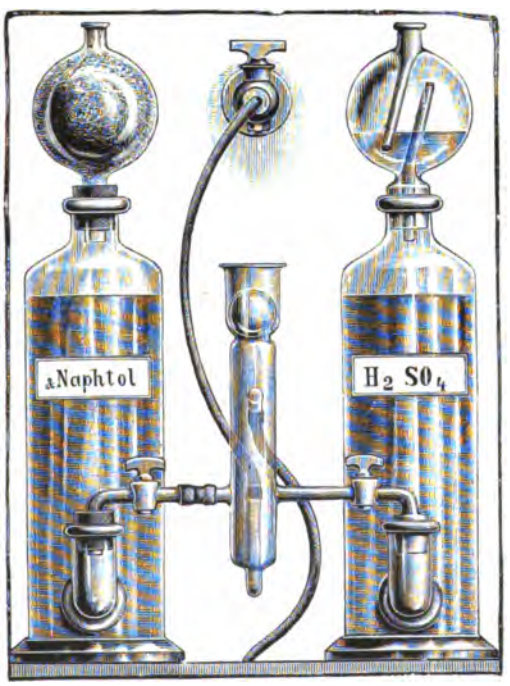
Geruch und durch starke Dunkelfärbung des Kesselwassers. Da die Wässer zu Speisezwecken alle in einem oder wenigen Behältern vereinigt werden, so kann man die Kontrolle der Zuckerverluste in ihnen mit den Kontrollmassregeln verbinden, welche man trifft, um Störungen des Kesselhausbetriebes durch zuckerhaltiges Speisewasser zu verhindern. Zu diesem Zwecke lässt man durch die Kesselheizer regelmässig Proben des Speisewassers entnehmen und mittels der α-Naphtolprobe untersuchen. Bei der Empfindlichkeit der Probe und der Gefährlichkeit der Schwefelsäure kann diese Untersuchung so ungeübten Händen nur mit Bedenken überlassen werden, und man hat vielfach Modifikationen des Verfahrens und Vorrichtungen ersonnen, um die Untersuchung zu erleichtern.

Skärblom *(Centralblatt 1903/04, 163)* benutzt für die Untersuchung kleinere Reagensröhrchen von nur 80 mm Länge und 10 mm Durchmesser, welche mit dem zu prüfenden Wasser gefüllt und dann wieder ausgegossen werden; es bleibt dann ein Tropfen der Flüssigkeit von etwa 0,2 ccm in dem Röhrchen zurück, welcher für die Untersuchung genügt. Man setzt dann 1—2 Tropfen 4 %ige alkoholische α-Naphtollösung und 15—20 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure, welche beide in Tropffläschchen von 50 ccm aufbewahrt werden, zu und schüttelt um; eine binnen einer halben Minute auftretende Violettfärbung zeigt die Gegenwart von Zucker an. In der so abgeänderten Form der Probe ist diese, da nur geringe Mengen Schwefelsäure verwendet werden, ungefährlich.

Einen sehr hübschen Apparat zur Untersuchung des Speisewassers hat Th. Koydl konstruiert *(Böhm. Zeitschr. 1899/1900, 655)*, welcher in Fig. 62 dargestellt ist und von Alois Kreidl in Prag zu beziehen ist. Der Apparat ist in

ein Holzkästchen eingebaut, welches vorn und rückwärts durch Klappdeckel verschliessbar ist und an dem Speisewasserreservoir aufgehängt ist. Der Apparat selbst besteht aus den beiden Vorratsflaschen für α-Naphtollösung und Schwefelsäure und dem zwischen beiden befindlichen, eigen-

Fig. 62.



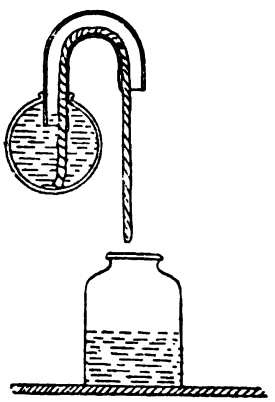
artig geformten Reagensrohre. An dieses ist einerseits ein Glashahn mit Knie und Glasstöpsel, welcher in dem nach aufwärts gekrümmten seitlichen Tubus der Schwefelsäureflasche eingeschliffen ist, angeschmolzen; auf der entgegengesetzten Seite befindet sich ein kurzer Stutzen, welcher in

ähnlicher Weise mit der Naphtolflasche verbunden wird. Der untere Teil der Reagensröhre ist in ein nach rückwärts und aufwärts gekrümmtes Rohr verengt, welches mittels Kautschukschlauch mit dem Probehahn des Wasserreservoirs verbunden wird, während einige Zentimeter höher ein nach abwärts gekrümmter Stutzen angeschmolzen ist, durch welchen das den Apparat ständig durchströmende Wasser abfliesst. Innerhalb der Reagensröhre sind an die beiden Stutzen für α-Naphtol und Schwefelsäure enge, bis an den verengten Teil der Röhre reichende Glasröhrchen angeschmolzen. Die Schwefelsäureflasche ist durch einen Exsikkator-Aufsatz, die α-Naphtolflasche durch eine mit Watte gefüllte Glaskugel verschlossen. — Die Arbeit mit dem Apparat ist folgende: Man sperrt den Wasserzufluss, öffnet für einen Augenblick den α-Naphtolhahn und unterschichtet dann durch vorsichtiges Drehen des Schwefelsäurehahnes mit Schwefelsäure. Damit ist der Versuch beendet. Infolge ihres geringeren spezifischen Gewichtes mischt sich die eingeführte α-Naphtollösung mit dem Wasser, die Schwefelsäure dagegen bleibt in der vollkommensten Art unterschichtet; um jede Gefahr durch Aufspritzen der Flüssigkeit bei zu heftiger Reaktion zu vermeiden, ist in die obere Erweiterung der Reagensröhre eine Glaskugel eingelegt. Nach Beendigung des Versuches wird der Wasserhahn wieder geöffnet, und der Apparat reinigt sich selbsttätig. Bei Verwendung dieses Apparates ist die α-Naphtolprobe vollständig ungefährlich und ausserordentlich einfach zu handhaben.

Will man einen Anhalt über die Menge des in den Kondenswässern verloren gehenden Zuckers gewinnen, so kann man die Bestimmung der Alkalität der Kesselwässer hierzu benutzen, indem man aus deren Abnahme die Zucker-

menge berechnet. 0,0114 g Zucker neutralisieren 1 ccm $^1/_{10}$-Normallauge oder 2 kg Zucker ungefähr 1 kg kohlensaures Natron. Oder man kann in der sogleich für das Fallwasser zu beschreibenden Art und Weise Durchschnittsproben der Kondenswässer aus den Sammelkästen entnehmen, eindampfen und den Zuckergehalt des konzentrierten Wassers feststellen. Eine sehr praktische Vorrichtung zur Entnahme von Durchschnittsproben aus den Sammelkästen oder auch aus dem Dampfsammler ist in Fig. 63 skizziert, hierbei saugt ein heberartig wirkender Docht das Wasser tropfenweise in ein untergestelltes Sammelgefäss. Die Menge der Brüdenwässer der Verdampf-, Anwärm- und Kochapparate kann man dann mit etwa 90 % der verarbeiteten Rüben in Rechnung setzen.

Fig. 63.



3. Fallwasser.

Die regelmässige Bestimmung des Zuckergehaltes des Fallwassers gehört zu jeder vollständigen Verlustbestimmung, obwohl der hier entstehende Verlust in der Regel sehr gering ist. Er kann aber in jedem Augenblick durch unglückliche Zufälle eine empfindliche Höhe erreichen und muss daher der ständigen Kontrolle unterliegen.

Für die Mengenbestimmung des Fallwassers kann man, aus den früher angeführten Gründen, unbedenklich gewisse

Normalzahlen, 600—1000 %, einsetzen. Einen Anhalt für die Menge liefert die Berechnung nach der Formel

$$W = B \cdot \frac{605{,}5 + 0{,}305\,(t_b - t_p)}{t_p - t_k}$$ (siehe S. 168.)

Die zu kondensierende Brüdenmenge *B* beträgt im Vierfach-Verdampfapparat, je nach Ausnützung der Brüden zu Anwärmzwecken, nur noch 10 — 20 % von den insgesamt zu verdampfenden etwa 100 % Wasser. Von den Verkochapparaten sind etwa 10 — 15 % Brüden zu kondensieren, welche Menge sich aber, je nach dem Stadium der Verkochung, sehr ungleichmässig auf die verfügbare Zeit verteilt. Nimmt man z. B. die Gesamtmenge des zu kondensierenden Brüdens mit 35 % an, deren Temperatur 65° betrage, die mittlere Temperatur des Einspritzwassers sei 15°, die des Fallwassers 50°, so berechnet sich die Menge des Fallwassers auf

$$W = \frac{35\,(605{,}5 + 0{,}305 \cdot 15)}{50 - 15} = 610\ \%.$$

Eine Durchschnittsprobe des Fallwassers entnimmt man aus dem Fallwasserrohr oder dem Fallwasser-Sammelkasten mittels eines Hahnes und der Schaper'schen Tropfvorrichtung und sammelt die Probe in einem entsprechenden Gefässe an. Aus diesem wird, z. B. durch den die Verdampfung bedienenden Arbeiter, jedesmal nach ½ Stunde eine gemessene Menge, z. B. 200 ccm, genommen (den Rest lässt man fortfliessen) und in einer Porzellanschale unter Zusatz von 20 ccm 10 %iger Sodalösung pro Schicht auf einem Dampfbad oder sonstigen geeigneten Vorrichtung eingeengt. Man verdampft so in einer Schicht 24×200 ccm = 4,8 l Fallwasser, bringt die eingeengte Flüssigkeit nach Abkühlung auf 200 ccm, filtriert und polarisiert im 400 mm-Rohr; beobachtet man keine Ablenkung, so prüft man die Flüssigkeit mittels der

α-Naphtolprobe auf Zucker. Durch den Zusatz von Soda erreicht man nach Claassen *(Vereinszeitschr. 1891, 112)*, dass nichts von dem im Fallwasser etwa enthaltenen Zucker zerstört wird. Die beobachtete Ablenkung rechnet man entsprechend den Konzentrationsverhältnissen um.

Beispiel: 4,800 l Fallwasser, auf 200 ccm eingeengt, polarisieren im 400 mm-Rohr 0,2°. Eine Polarisation von 0,2° im 400 mm-Rohr entspricht einem Zuckergehalte der Flüssigkeit von $0{,}2 \times 0{,}13 = 0{,}026$ %. Im ursprünglichen Fallwasser sind also enthalten $\frac{0{,}026}{24} = 0{,}001$ % Zucker. Bei einem Fallwasserverbrauch von 600 % entsteht dann ein Verlust von $6 . 0{,}001 = 0{,}006$ % Zucker auf Rüben. Einen so geringen Verlust brauchte man natürlich nicht erst in die Verlustrechnung einzustellen.

4. Füllmasse I.

a) Mengenverhältnisse.

Als man die Erstprodukt-Füllmasse noch in Kästen ausfüllte, konnte man ihr Gewicht leicht durch Verwiegen der Kästen feststellen. Bei der modernen Arbeit mit Maischen müsste man ihre Menge durch Vermessung bestimmen, indess unterliegt das wegen mangelnder Genauigkeit wie erwähnt grossen Bedenken und wäre auch in der überwiegenden Menge der Fälle nutzlos, da die Füllmasse I fast nie mehr ein Produkt aus Dicksaft allein darstellt, sondern mit Ablaufsirup verkocht ist. Aus diesen Gründen berechnet man ihre Menge nur noch aus der der beiden Einzelbestandteile, in welche sie bei der Weiterverarbeitung glatt zerlegt wird, nämlich aus Erstproduktzucker und Ablauf (oder meistens

Füllmasse II), indem man deren Mengen einfach addiert. Die Berechnung der Menge der Füllmasse I als Summe von Zucker I und Füllmasse II ist natürlich nur ein Mittelglied zur Berechnung der in der Fabrikation gewonnenen Zuckermenge und entspricht nicht der tatsächlich vorhandenen Menge Füllmasse I, weil mittlerweile ein Teil des Wassers beim Verkochen der Füllmasse II entfernt ist. Legt man aus irgend einem Grunde Wert darauf, die wirklich vorhandene Menge der Füllmasse I kennen zu lernen, so muss man die Menge des in Zucker I und Füllmasse II festgestellten Zuckers durch den mittleren Zuckergehalt der Füllmasse I dividieren.

Beispiel:

Erzeugt: 6250 dz Zucker I von 96,0 Pol. = 6000 dz Zucker
1500 dz Füllm. II „ 65,0 „ = 975 dz „
6975 dz Zucker

Die Füllmasse I hatte 82,0 Pol.

Also wirkliches Gewicht der Füllmasse $I = \frac{6975}{0{,}82} = 8506$ dz.

Von Wert ist bei der Füllmassearbeit ferner die Kenntnis der Menge Ablaufsirup, welcher zur Füllmasse hinzugezogen ist. Man wird diese in den meisten Fällen durch Messung feststellen, indem man in den Einzugskästen Schwimmer anbringt, welche auf Tafeln das eingezogene Volumen des Ablaufes angeben. Andernfalls kann man diese Menge durch Berechnung feststellen, wenn man die Reinheit (bei genaueren Rechnungen die wahre Reinheit) des benutzten Dicksaftes und Ablaufsirups und der erzeugten Füllmasse kennt, unter der zum mindesten praktisch zutreffenden Annahme, dass die Reinheit des Dicksaftes sich bei der Verkochung nicht verändert. Geht man von der Trockensubstanz der gewonnenen

Füllmasse aus und ist x die Menge zugefügten Ablaufes gleichfalls in Trockensubstanz ausgedrückt, Q_f, Q_d, Q_s die Reinheiten der Füllmasse, des Dicksaftes und des Sirups; so ist offenbar

$$100\ Q_f = (100 - x)\ Q_d + x\,.\,Q_s$$

$$\text{also} \qquad x = \frac{100\ (Q_d - Q_f)}{Q_d - Q_s}$$

Beispiel: $Q_d = 93$, $Q_f = 91$, $Q_s = 73$; so ist

$$x = \frac{100\ (93-91)}{93-73} = 10\ \%$$

oder mit anderen Worten, von der Trockensubstanz der Füllmasse stammen 90 % aus dem Dicksaft, 10 % aus dem Ablaufsirup. Man kann dies in bekannter Weise auf die wasserhaltigen Produkte umrechnen. Hätte z. B. die Füllmasse 8 % Wasser, der Ablauf 20 % Wasser, so entspräche 100 Teilen Trockensubstanz $\frac{100\,.\,100}{92} = 108{,}7$ Teile der wasserhaltigen Füllmasse und 10 Teilen Trockensubstanz $\frac{100}{8} = 12{,}5$ Teile des wasserhaltigen Sirups.

$$108{,}7 : 12{,}5 = 100 : x$$

$$x = 11{,}5\ \%$$

d. h. der Füllmasse I sind auf 100 Teile 11,5 Teile Ablaufsirup von 20 % Wasser und 73 w. Reinh. zugesetzt worden.

Oder 90 Teilen Tr.-S. der Dicksaftfüllmasse

von 8 % Wasser = 97,83 Teile

sind 10 Teile Tr.-S. des Ablaufs = 12,5 Teile

zugesetzt worden, also auf 100 Teile Dicksaftfüllmasse

$x = 12{,}8$ Teile Ablaufsirup.

b) Probenahme.

Bei der Probenahme der Erstproduktfüllmasse ist zu berücksichtigen, dass einerseits das schwere Korn derselben

in den sich beim Kochen zuletzt nur wenig bewegenden Füllmassen allmählich in gewissem Grade zu Boden sinkt, sodass die tieferen Schichten im Vakuum zuletzt zuckerreicher sind als die höheren, und dass infolge der geringen Beweglichkeit der Masse die in der Nähe der Heizschlangen oder Heizkörper befindlichen Mengen konzentrierter sind als die übrigen. Man nimmt daher die Probe in der Art, dass entweder beim Ausfüllen aus der Füllrinne mittels eines Löffels mindestens 3 Proben, nämlich gegen Beginn, Mitte und Ende des Ausfüllens, entnommen und in einer Blechdose vereinigt werden, oder aber aus den Sudmaischen nach beendetem Ausfüllen, wenn diese schon einige Zeit die Masse durchgemischt haben, und natürlich ehe schon Sirupzusatz dazu stattgefunden hat. Man nimmt Probe von jedem einzelnen Sud, untersucht die Proben einzelner Sude aber nur, wenn dieser offenbar nicht normal, also etwa wenn er offenbar zu leicht oder zu schwer ausgefallen ist, wenn sich Schwerkochen gezeigt hat und dergleichen. Die einzelnen Proben werden im Laboratorium angesammelt und, sobald der letzte Sud der Woche gefallen ist, sorgfältig gemischt, indem sie in eine grosse Schale entleert und innig durchgeknetet werden. Einen Teil davon entnimmt man zur Untersuchung. Steht die Probe einige Zeit, ehe man sie untersucht, so muss man sie vorher von Neuem mischen, da eine teilweise Trennung von Zucker und Sirup eintritt, indem der erstere zu Boden sinkt.

c) Untersuchung.

Die Untersuchung erstreckt sich auf dieselben Punkte, wie die vollständige Untersuchung des Dicksaftes und wird im allgemeinen ausgeführt, wie dort beschrieben.

Zucker
Inversionspolarisation } wie bei Dicksaft.

Wasser.

Für die Wasserbestimmung wiegt man 2—3 g ab und verfährt damit wie üblich.

Asche.

Man wiegt etwa 3 g in einem Platinschälchen von 60—80 ccm Inhalt ab, mischt mittels eines starken Platindrahtes mit etwa 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure, indem man eventuell vorsichtig über einem kleinen Flämmchen erwärmt, um die Mischung zu erleichtern, verkohlt dann über grosser Flamme und verascht wie üblich.

Alkalität.

Die Alkalität wird gegen Phenolphtaleïn und Rosolsäure bestimmt, indem man 10 g mit neutralem Wasser löst und titriert.

Kalk.

Für die Kalkbestimmung benutzt man 2 g, welche man mit 100 ccm Wasser löst und dann titriert.

Invertzucker.

Wie bei Dicksaft. Füllmassen von genügender natürlicher Alkalität sind in normalen Fällen als invertzuckerfrei anzusehen.

d) Zusammensetzung der reinen Dicksaftfüllmasse.

Wenn man die Summe des erzeugten Zuckers I und der Füllmasse II, sowie deren Zuckergehalt und Trockensubstanz kennt, ist man in der Lage, die Zusammensetzung

der reinen Füllmasse I, welche sie ohne den Zuzug von Ablaufsirup haben würde, zu berechnen, da die Summe der in den genannten Produkten vorhandenen Trockensubstanz und Polarisation offenbar die Trockensubstanz und Polarisation der reinen Füllmasse darstellt.

Beispiel:

Gewonnen 6250 dz = 80,6 % (auf Füllm. I) Zucker I von 96,0 Pol. und 1,56 Wasser (97,6 Reinh.),

1500 dz = 19,4 % Füllm. II von 65,0 Pol. und 7,00 Wasser (69,9 Reinh.)

zusammen 7750 dz = 100 % Füllm. I.

Dann beträgt deren Polarisation

$$\frac{80{,}6 \times 96{,}0 + 19{,}4 \times 65{,}0}{100} = 89{,}99$$

deren Trockensubstanz $\frac{80{,}6 \times 98{,}44 + 19{,}4 \times 93{,}0}{100} = 97{,}35$

deren Reinheit $\frac{89{,}99 \times 100}{97{,}35} = 92{,}4$

Auf entsprechende Weise kann man alle sonstigen Bestandteile durch Rechnung feststellen. Eine solche Rechnung kann von Wert sein, um die wahre Reinheit des Dicksaftes mit der wahren Reinheit der Füllmasse I zu vergleichen und daraus festzustellen, ob eine wesentliche Zersetzung von Zucker durch die Verkochung stattgefunden hat; eine solche müsste sich durch eine merkliche Abnahme der Reinheit geltend machen. Indessen ist zu beachten, dass dieses Verfahren wegen der unvermeidlichen Fehlerquellen nur beschränkten Wert hat, was sich darin äussert, dass man oft auch Zunahmen der Reinheit feststellen kann, sodass es bindende Schlüsse nur erlaubt, wenn die Abnahme der Reinheit sehr beträchtlich wäre.

e) Kontrolle des Kochprozesses; Verkochungs-Kontroll-Apparate.

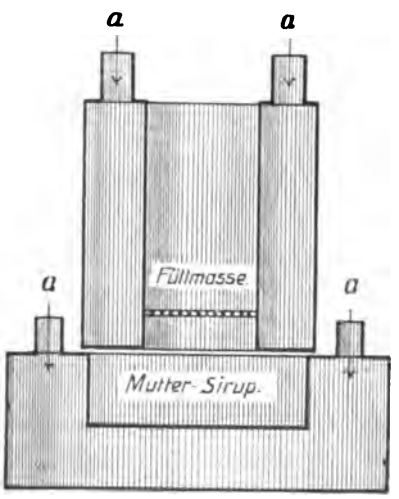
Der richtige Verlauf des Kochprozesses hängt in hohem Grade von den Konzentrations- und Sättigungsverhältnissen der Mutterlauge ab, welche die gebildeten Kristalle umgibt. Will man sich bei einzelnen Suden über diese Verhältnisse unterrichten, so muss man aus dem Vakuum in geeigneten Momenten, also z. B. unmittelbar vor und unmittelbar nach der Kornbildung, und dann vielleicht von Stunde zu Stunde, zuletzt noch einmal nach Zuzug des zum „Abkochen" dienenden Sirups, Proben der Füllmasse entnehmen und den umgebenden Muttersirup in Tropfapparaten gewinnen. Eine solche, von Claassen ersonnene Vorrichtung zeigt Fig. 64 im Durchschnitt. Den Boden eines zylindrischen, mit Doppelmantel versehenen Gefässes bildet ein Stück Zentrifugensieb. Dieses

Fig. 64.

Abtropfapparat für Erstproduktfüllmassen.

(1/4 natürl. Grösse)

a Eingussstutzen für heisses Wasser.



Gefäss sitzt möglichst gut abschliessend auf einem Sammelteller, welcher in dem vorliegenden Falle gleichfalls von einem Doppelmantel umgeben ist. Man füllt nun, nachdem man den sorgfältig gereinigten und getrockneten Probehahn des Vakuums zuvor mindestens 10—20-mal geöffnet hat, um eine richtige Probe der Füllmasse zu erhalten, das Gefäss, dessen Mantel mit Wasser von etwa der Temperatur, die gerade im Vakuum herrscht, umgeben ist, mit Füllmasse und bedeckt es sofort, um jede Verdunstung auszuschliessen. Der bei diesen Temperaturen leichtflüssige Sirup der Füllmasse tropft dann ziemlich schnell ab, und durch das umgebende heisse Wasser wird verhindert, dass sich Zucker in Form von Feinkristall ausscheidet, wodurch das Ergebnis natürlich falsch werden würde. Der abgetropfte Sirup wird in einem gut verschlossenen Gläschen gesammelt und, sobald er abgekühlt ist, in der bekannten Weise auf Wasser und Zuckergehalt untersucht, nachdem man die Masse, in welcher sich meistens Kristalle abscheiden, aus dem Fläschchen in eine Schale gebracht und gut gemischt hat.

Aus dem Befund an Wasser und Zucker ergibt sich das Sättigungsverhältnis des Muttersirups, d. h. die Menge Zucker, welche in 100 Teilen Wasser gelöst waren nach der Proportion

$$W : Z = 100 : x.$$

Vergleicht man dieses Sättigungsverhältnis mit den von Herzfeld festgestellten für reine Zuckerlösungen geltenden Sättigungszahlen bei gleicher Temperatur, wie bei der Probenahme, so erhält man den Übersättigungskoeffizienten nach der Gleichung

Sättigung des Sirups (Z_1) : Sättigung reiner Zuckerlösung (Z) = x : 1, oder Übersättigungskoeffizient $K = \frac{Z_1}{Z}$

Der „Übersättigungskoeffizient“ kann entweder eine Über- oder eine Untersättigung anzeigen.

Die Werte für die Sättigung reiner Zuckerlösung findet man in nachstehender Tabelle *(Vereinszeitschr. 1892, 181)*:

Tabelle 33.

Löslichkeit des Zuckers in Wasser bei verschiedenen Temperaturen nach Herzfeld; auf 1 Teil Wasser werden gelöst Teile Zucker:

Temp. ° C.	Teile Zucker	Temp. ° C.	Teile Zucker	Temp. ° C.	Teile Zucker	Temp. ° C.	Teile Zucker
0	1,79						
1	1,80	26	2,12	51	2,62	76	3,44
2	1,81	27	2,14	52	2,65	77	3,48
3	1,82	28	2,16	53	2,67	78	3,52
4	1,83	29	2,17	54	2,70	79	3,57
5	1,84	30	2,19	55	2,73	80	3,62
6	1,86	31	2,21	56	2,75	81	3,66
7	1,87	32	2,23	57	2,78	82	3,71
8	1,88	33	2,25	58	2,81	83	3,76
9	1,89	34	2,27	59	2,84	84	3,81
10	1,90	35	2,29	60	2,87	85	3,86
11	1,91	36	2,30	61	2,90	86	3,92
12	1,92	37	2,32	62	2,93	87	3,98
13	1,94	38	2,34	63	2,96	88	4,03
14	1,96	39	2,36	64	2,99	89	4,09
15	1,97	40	2,38	65	3,03	90	4,15
16	1,98	41	2,40	66	3,06	91	4,21
17	1,99	42	2,42	67	3,09	92	4,28
18	2,01	43	2,44	68	3,13	93	4,35
19	2,02	44	2,46	69	3,16	94	4,42
20	2,04	45	2,48	70	3,20	95	4,48
21	2,05	46	2,51	71	3,24	96	4,55
22	2,07	47	2,53	72	3,28	97	4,63
23	2,08	48	2,55	73	3,31	98	4,71
24	2,09	49	2,58	74	3,35	99	4,79
25	2,11	50	2,60	75	3,40	100	4,87

Beispiel: Ein Muttersirup, ½ Stunde nach der Kornbildung bei 72° entnommen, zeigt

18,81 Wasser, 76,1 Pol., 93,7 w. Reinh.

$$\text{Sättigungsverhältnis } x = \frac{100 \cdot 76{,}1}{18{,}81} = 405$$

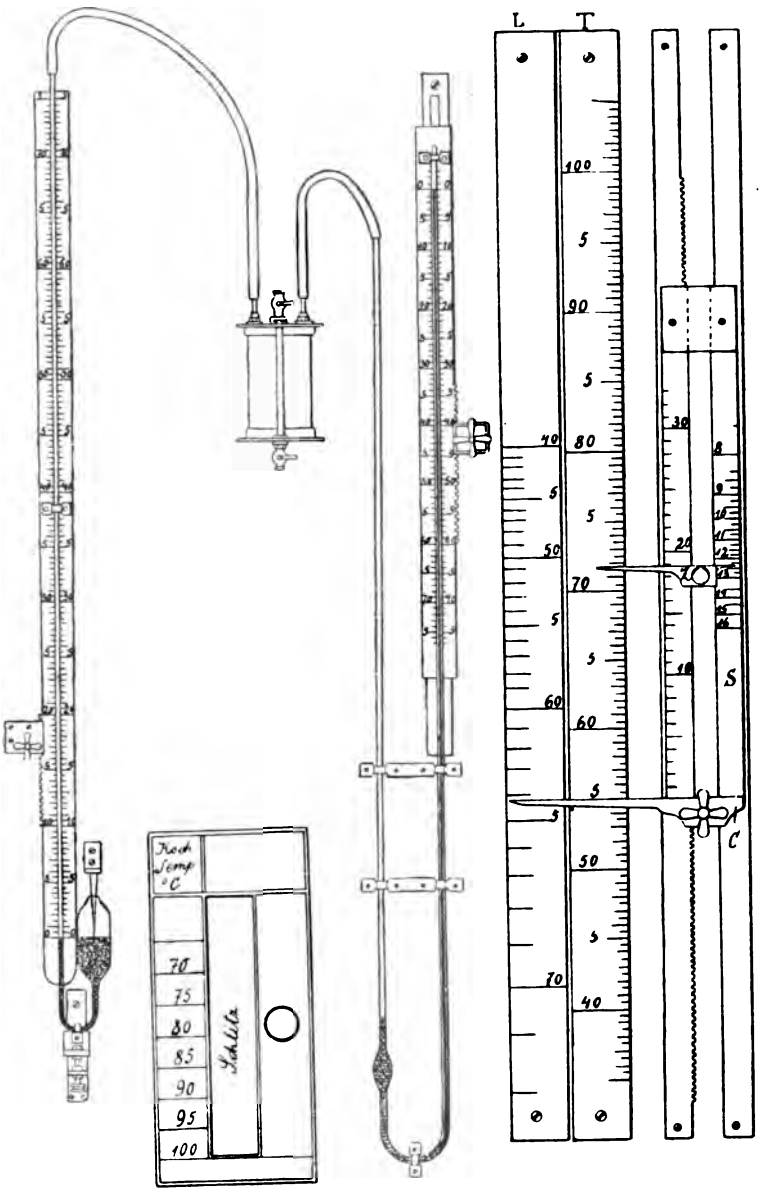
Sättigungsverhältnis für reine Zuckerlösung bei 72° = 328.

$$\text{Übersättigungskoeffizient} = \frac{405}{328} = 1{,}23.$$

Die Untersuchung der Muttersirupe eignet sich natürlich nicht zur ständigen Kontrolle des Kochprozesses, für dessen guten Verlauf man sich daher auf die Erfahrung und den guten Willen der Kocher verlassen muss. Es gibt jedoch ein sehr einfaches Mittel, um in jedem Stadium des Kochens die Konzentration des Muttersirups und damit auch annähernd sein Sättigungsverhältnis erkennen zu können, da in denselben Stadien des Kochens die Reinheit des Muttersirups bei gleichbleibender Kochweise ungefähr immer die gleiche ist. Dies Mittel beruht auf der Tatsache, dass der Siedepunkt jeder Lösung, also auch der Zuckerlösungen, umso höher steigt, je höher ihre Konzentration ist. Man braucht also nur die Temperatur der Füllmasse im Vakuum zu bestimmen und mit der Temperatur, welche siedendes Wasser unter der herrschenden Luftleere haben würde, zu vergleichen, mit anderen Worten die Siedepunkterhöhung des Sirups festzustellen, um daraus — an Hand der empirisch festgestellten Siedepunkte von Zuckerlösungen verschiedener Konzentration und Reinheit — auf seine Konzentration schliessen zu können. Diese an sich einfache Methode erfordert für den praktischen Gebrauch zu viel Rechnungen, man hat daher entsprechende Apparate konstruiert, auf denen man aus abgelesener Temperatur und Luftleere direkt die Dichte oder den Wassergehalt des Muttersirups erkennen kann.

Der vollkommenste dieser Verkochungs-Kontroll-Apparate ist der von Claassen *(D. R. P. 117531)*, welchen Fig. 65

Fig. 65.



in einer seiner verschiedenen Ausführungsformen darstellt. Er besteht neben einem guten Thermometer, welches noch $^1/_4$-Grade abzulesen gestattet und gesondert am Vakuum angebracht wird, sodass sein Schaft sich inmitten von lebhaft zirkulierender Füllmasse befindet, aus einem doppelten Vakuummeter und zwei Doppelskalen. Während das Hebervakuummeter hauptsächlich zum Ablesen der Luftleere dient, ist das Gefässvakuummeter zur Einstellung und Kontrolle des ersteren bestimmt. Zu diesem Zwecke ist die Skala des Hebervakuummeters verschiebbar und wird unter Berücksichtigung des herrschenden Barometerstandes so eingestellt, dass z. B. bei

75 cm Barometerdruck die Anzeige des Hebervakuummeters 1 cm höher,

76 cm Barometerdruck die Anzeige des Hebervakuummeters 0 cm höher,

77 cm Barometerdruck die Anzeige des Hebervakuummeters 1 cm niedriger

ist als die des Gefässvakuummeters. Bei der ersten Doppelskala $L-T$ sind auf T die Temperaturgrade, welche in Frage kommen können, aufgetragen, während die andere Skala die Luftleere angibt, in der Weise, dass jedem Temperaturgrade diejenige Luftleere gegenübersteht, bei welcher Wasser unter der betreffenden Temperatur siedet. Die andere Doppelskala befindet sich auf dem Schieber S, welcher mit dem festen Zeiger C und dem beweglichen Zeiger Z versehen ist. Auf der linken Skala sind Temperaturgrade von $0-30^0$ in derselben Teilung aufgetragen, wie auf T, diese geben die Siedepunktserhöhung der Muttersirupe an, während die rechte Skala den Wassergehalt der Sirupe anzeigt, welcher der betreffenden Siedepunktserhöhung entspricht. Hat man nun

Temperatur und Luftleere abgelesen, so stellt man mittels des Zeigers den Schieber *S* so ein, dass der Zeiger *C* auf der Skala *L* unter der beobachteten Luftleere einspielt und daneben den Siedepunkt von Wasser bei dieser Luftleere anzeigt. Schiebt man dann den Zeiger *Z* auf den der tatsächlich beobachteten Temperatur entsprechenden Teilstrich der Skala *T*, so gibt dieser Zeiger, wie leicht ersichtlich, auf der Siedepunktserhöhungs-Skala die Anzahl Grade an, um welche der Sirup höher siedet, und diesen gegenüber liest man den Wassergehalt des Sirups bei dieser Siedepunktserhöhung ab. Hat man nun festgestellt, welchen Wassergehalt der Sirup in einem bestimmten Stadium des Verkochens haben muss, so kann man nach dem abgelesenen Wassergehalt die weitere Arbeit regeln. Z. B. beobachtete man vor der Kornbildung, dass bei 58 cm Luftleere die Temperatur $76^1/_2{}^0$ sei, während sie für Wasser 64^0 beträgt, dass also die Siedepunktserhöhung $12^1/_2{}^0$ ausmache. Dieser letzteren entspricht aber ein Wassergehalt der Zuckerlösung von 17 %, während man weiss, dass ein Wassergehalt von 16 % für die Kornbildung der betreffenden Säfte vorteilhafter sei. Man muss dann weiter eindicken, bis der Sirup diese Konzentration, entsprechend $13^1/_2{}^0$ Siedepunkterhöhung, hat.

Über die Siedepunkte von Zuckerlösungen liegen Beobachtungen vor von Gerlach *(Vereinszeitschr. 1863, 285)*, Flourens *(Comptes rendus du II. Congrès internat. de Chim. appl. Bd. I, 315)*, Claassen und Frentzel *(Vereinszeitschr 1893, 265)* und Claassen und Herrmann *(Vereinszeitschr. 1904, 1159)*, welche nicht unwesentlich von einander abweichen. Für das Kochen von Zuckerlösungen verschiedener Reinheit unter starker Bewegung in Metallgefässen, wie es im praktischen Betriebe ausgeübt wird, müssen die Siedepunkts-

zahlen der beiden letzten Autoren massgebend sein, da sie teils unter genauer Nachahmung der praktischen Verhältnisse, teils durch Versuche in Fabrik-Kochapparaten unter Luftleere ermittelt wurden. Diese Zahlen sind in Tab. 34 zusammengefasst.

Tabelle 34.

Siedepunktserhöhungen

für reine und unreine Zuckerlösungen.

Prozente Trockensubstanz der Lösungen	Nach Versuchen im Kleinen					Nach Versuchen in Fabrik-Kochapparaten		
	Siedepunktserhöhung in ° C. bei einer Reinheit der Lösungen von:							
	100	93	83	73	62	93	73	62
5	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05			
10	0,1	0,1	0,1	0,15	0,2			
15	0,2	0,2	0,25	0,25	0,35			
20	0,3	0,3	0,35	0,4	0,5			
25	0,45	0,45	0,5	0,6	0,75			
30	0,6	0,65	0,7	0,85	1,1			
35	0,8	0,85	1,0	1,2	1,5			
40	1,05	1,15	1,35	1,6	1,95			
45	1,4	1,55	1,75	2,1	2,5			
50	1,8	2,0	2,25	2,7	3,15			
55	2,3	2,6	3,0	3,5	4,0			
60	3,0	3,3	3,8	4,5	5,0			
65	3,8	4,25	4,8	5,6	6,2			
70	5,1	5,4	6,2	7,0	8,0			
75	7,0	7,3	8,5	9,2	10,3	7,0		
80	9,4	10,0	11,4	12,2	13,6	9,8	12,2	14,0
82						11,2	13,8	15,1
84						12,7	15,5	16,6
86							17,5	18,8
88							20,1	21,6
90	19,6	20,0	22,0	24,7	26,9		23,4	25,4
92	24,0							29,6
94	30,5							35,2

Wie ersichtlich, zeigen die durch Versuche im Grossen gewonnenen Siedepunktszahlen im allgemeinen eine gute Übereinstimmung mit denen nach Versuchen im Kleinen, nur bei den stärksten Konzentrationen und den unreinsten Lösungen sind die Siedepunkte im ersteren Falle etwas niedriger. Man kann daraus schliessen, dass die Siedepunkte der Lösungen bei sonst gleichen Verhältnissen unter Luftleere genau ebenso erhöht werden wie unter Atmosphärendruck. Die Zahlen des I. Teiles der Tabelle 34 haben daher für die Praxis unbedenklich volle Giltigkeit.

Im allgemeinen erkennt man aus der Tabelle, dass die Siedepunkte für unreine Zuckerlösungen höher sind als für reine, und dass sie mit steigender Konzentration der Lösungen unverhältnismässig viel stärker anwachsen.

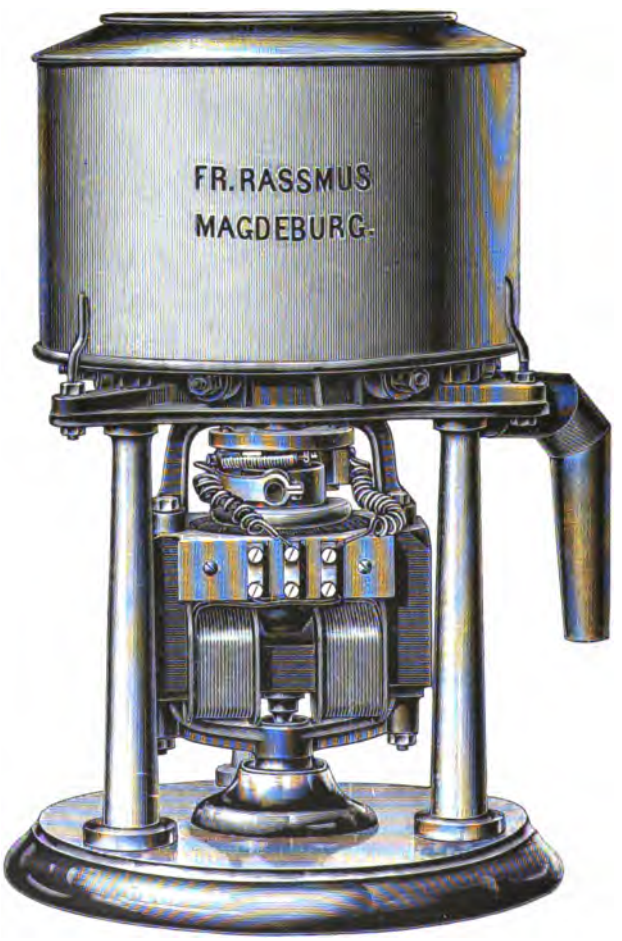
f) Kontrolle des Kristallisationsprozesses in den Sudmaischen.

Probenahme der Muttersirupe.

Die Kontrolle des Kristallisationsprozesses in den Sudmaischen geschieht gleichfalls durch Untersuchung der Muttersirupe. Im normalen Verlaufe der Fabrikation, solange man genügend entzuckerte Ablaufsirupe erhält, wird man zwar von der Untersuchung der Muttersirupe der Erstproduktfüllmassen in der Regel absehen können und auch die an sich zu empfehlende Untersuchung des Muttersirups jeder Maische vor Beginn des Schleuderns unterlassen, weil diese Untersuchungen das Laboratorium stark belasten, ohne dringend nötig zu sein, wohl aber wird man sich zu solchen Untersuchungen entschliessen, wenn es gilt, eine etwaige ungenügende Wirkung der Maischen oder das Auftreten von Abläufen von zu hoher Reinheit aufzuklären.

Für die Gewinnung des Muttersirups benutzt man vielfach kleine Laboratoriumszentrifugen, welche zugleich den Vorteil bieten, dass man mit ihrer Hilfe die zu erwartende Ausbeute an Zucker quantitativ bestimmen kann. Es gibt deren für alle Antriebsarten, eine empfehlenswerte Konstruktion ist die von Fr. Rassmus nach den Vorschlägen von Brumme ausgeführte Kontrollzentrifuge (Fig. 66),

Fig. 66.



welche mit elektrischem, Dampf- oder Pressluft-Antrieb sowie mit oder ohne Deckvorrichtung hergestellt wird. Die Trommel dieser Zentrifuge lässt sich mittels eines besonders konstruierten Aushebers abnehmen, man tariert sie dann auf einer kleinen Tafelwaage, beschickt sie mit einer gewogenen Menge Füllmasse und befestigt sie durch Anschrauben wieder auf der Achse. Nach beendetem Abschleudern kann die Trommel in derselben Weise wieder abgehoben und zurückgewogen werden, wodurch man die zu erwartende Zuckerausbeute feststellen kann. Den aus dem Ablaufstutzen abfliessenden Sirup sammelt man und bringt ihn, nachdem er gemischt ist, zur Untersuchung. Man muss, um mit dem Betriebe vergleichbare Zahlen zu erhalten, in der Zentrifuge Siebe von derselben Schlitzweite wie im Betriebe verwenden, und die gleichen Arbeitsbedingungen, in Bezug auf Dauer des Schleuderns und Tourenzahl, beobachten.

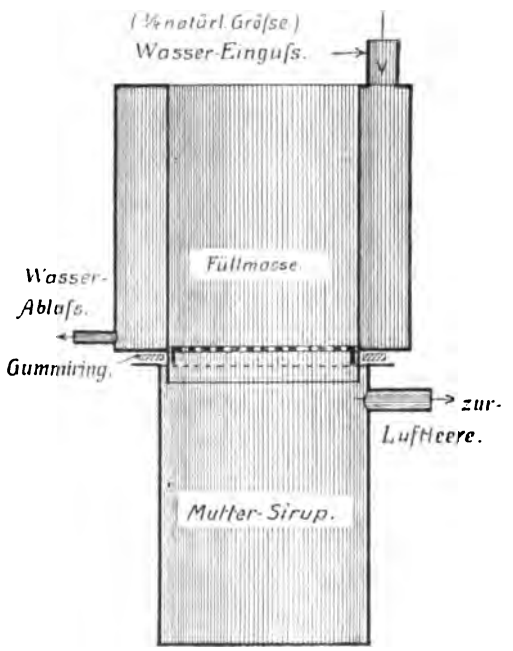
Die Nachteile der Kontrollzentrifugen sind die, dass man mit ziemlich grossen (ca. 2 kg) Mengen Füllmasse arbeiten muss, dass ihre Reinigung viel Mühe erfordert, und dass bei der hohen Tourenzahl, falls die Füllmasse warm ist, eine nicht unwesentliche Verdunstung von Wasser und damit eine Änderung der Sättigungsverhältnisse des Sirups eintreten kann. Diese Nachteile vermeidet man, wenn man den Mutterssirup durch Abnutschen gewinnt. Hierzu kann man die bekannte Nutschvorrichtung benutzen, welche aus Saugflasche, Trichter und Filterplatte zusammengesetzt ist, letztere wäre mit einem Stück Zentrifugensieb von passender Grösse zu bedecken. Eine empfehlenswerte Abänderung ist die Nutsche nach Ackermann (Fig. 67), in welcher die filtrierende Oberfläche grösser und die Gefahr des Durchsaugens von Füllmasse verringert ist; auf die herausnehmbare Siebplatte

Fig. 67.

muss auch hier ein Zentrifugensieb gelegt werden. Immerhin zeigt auch diese Nutsche noch Nachteile; die oft recht zähflüssigen Muttersirupe füllen bald das Trichterrohr ganz an und sind schwer wieder aus der Saugflasche herauszubekommen. Zweckmässiger verwendet man daher untenstehend skizzierte Nutschvorrichtung (Fig. 68), welche diese Nachteile vermeidet und welche man sich leicht selbst anfertigen kann. Auf dem

Fig. 68.

Einfache Füllmasse-Nutsche, (Durchschnitt)



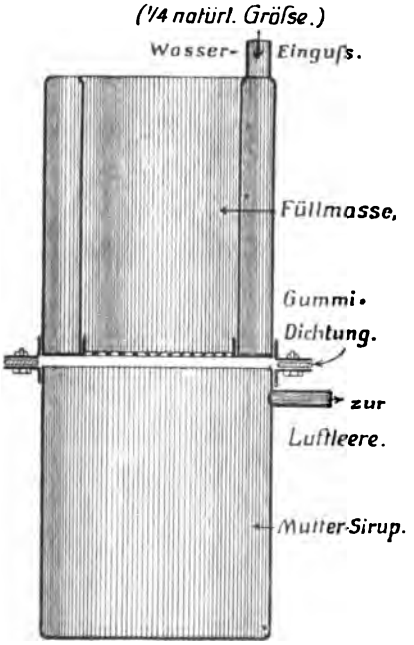
Saugtopf, von welchem ein Stutzen zur Luftleereleitung führt, sitzt — durch Gummiring abgedichtet — ein Gefäss zur Aufnahme der Füllmasse von ca. 1 l Inhalt, welches unten durch ein eingelötetes Stück Zentrifugenblech von etwa 10 cm Durchmesser verschlossen ist. Dieses Gefäss ist mit einem Doppelmantel versehen, welcher zur Aufnahme von Wasser von der Temperatur der Füllmasse dient und zu diesem Zwecke einen Einguss und einen durch Quetschhahn verschliessbaren Ablauf besitzt. Die ganze Vorrichtung wird aus Weissblech gefertigt. Bei der stark wirkenden Luftleere, welche man in der Kampagne zur Verfügung hat, genügt die beschriebene Form der Abdichtung. Für den Gebrauch an der Saugpumpe hingegen muss man die Ränder der beiden Gefässe, zwischen welche der Dichtungsring zu liegen kommt, aus etwas stärkeren Kupferringen herstellen und diese, nachdem die Gefässe aufeinander gesetzt sind, in üblicher Weise durch Kopfschrauben, bequemer durch Klemmschrauben, anziehen (Fig. 69).

Fig. 69.

Füllmasse-Nutsche mit Flanschendichtung

(*Durchschnitt*)

(*1/4 natürl. Gröfse.*)



Wie leicht ersichtlich, bietet diese Nutschvorrichtung eine grosse Filtrierfläche, leichten Abfluss des Filtrates, lässt sich leicht füllen und entleeren und schnell reinigen.

Die Untersuchung der Muttersirupe wird nur ausnahmsweise eine vollständige zu sein brauchen, sondern erstreckt sich entweder auf die Feststellung der Sättigungsverhältnisse, und geschieht dann in der beschriebenen Weise durch Bestimmung des Wasser- und Zuckergehaltes, womit man dann zugleich die wahre Reinheit des Sirups ermittelt. In der Regel wird es aber schon genügen, die scheinbare Reinheit des Muttersirups festzustellen.

Wahre und scheinbare Reinheit in der Zuckerhausarbeit.

Es entsteht hier die Frage: kann man sich mit der Feststellung der scheinbaren Reinheit begnügen und welche Bedingungen müssen dabei innegehalten werden? — Bekanntlich ist die für die Bestimmung der wahren Reinheit notwendige Wasserbestimmung eine sehr zeitraubende Arbeit, welche unter den günstigsten Verhältnissen 6 Stunden, meist aber noch mehr Zeit in Anspruch nimmt. Die Eigenart der Arbeiten des Zuckerhauses, besonders auch der Maischarbeit, erfordert aber, dass man die Ergebnisse der Untersuchungen schnell zur Hand hat, um möglichst bald die erforderlichen Massregeln, wie Abänderungen der Kochweise (stärkere oder geringere Konzentration der Füllmassen) oder der Füllmassenarbeit (Verdünnen der Füllmasse durch Sirupzuzug, weiteres Abkühlen), treffen zu können. Untersuchungen, welche erst beendet sind, wenn der Maischinhalt schon geschleudert wird, könnten besser überhaupt unterbleiben. Schon aus

diesen praktischen Gesichtspunkten muss man für die täglichen Untersuchungen die Bestimmung der scheinbaren Reinheit vorziehen.

Dazu kommt nun, dass einerseits die Kenntnis der scheinbaren Reinheit in den meisten Fällen schon genügt, um den Fortschritt der Entzuckerung der Massen durch die Kristallisation beurteilen zu können, zumal ja auch von den Ausgangsstoffen, den Dünn- und Dicksäften, auch nur die scheinbaren Reinheiten vorliegen, und dass man ferner, wenn man noch genauere Auskünfte, also besonders über die Sättigungs- und Konzentrationsverhältnisse, wünscht, aus den scheinbaren Quotienten mit ziemlicher Genauigkeit auf die wirklichen Quotienten und aus der scheinbaren Trockensubstanz auf die wirkliche Trockensubstanz schliessen kann. Dazu ist nur nötig, dass die Bestimmung der scheinbaren Trockensubstanz in stets gleichbleibender und sorgfältiger Weise ausgeführt wird, und dass die untersuchten Proben zu Durchschnittsproben angesammelt werden, welche, etwa am Schluss der Woche, auf scheinbare und auf wirkliche Trockensubstanz untersucht werden. Das hierdurch festgestellte Verhältnis zwischen beiden kann bis zu der nächsten vollständigen Untersuchung als Grundlage gelten, nach welcher man aus der scheinbaren Trockensubstanz der betreffenden Füllmasse oder Ablaufs die wirkliche durch Proportions-Rechnung berechnen kann, und zwar nach allgemeiner Erfahrung bis auf etwa 0,2 % genau, also mit einer Fehlergrenze, welche auch der direkten Wasserbestimmung an sich zukommt. Man hat, wenn man auf diese Weise verfährt, nicht nötig, sich zur Umrechnung erst noch der von verschiedenen Seiten vorgeschlagenen Formeln zu bedienen (Weisberg, *Vereinszeitschr. 1895, 790; Centralblatt 1903/04, 779;* Sachs,

Centralblatt 1902/03, 170 nach *Sucr. Belge 1902, 78)*, welche auch nur ähnliche Resultate liefern und ausserdem die Einführung gewisser Faktoren verlangen, welche in jeder Fabrik und in jeder Kampagne, ja in jeder Arbeitswoche, andere sind und auch erst jede Woche durch direkte Wasserbestimmungen festgestellt werden müssten.

Die scheinbare Trockensubstanz ist immer höher als die wirkliche, und dementsprechend die scheinbare Reinheit niedriger als die wahre Reinheit. Je reiner ein Saft, ein Sirup oder eine Füllmasse ist, um so weniger unterscheidet sich in der Regel die wahre Reinheit von der scheinbaren Reinheit, bei Dicksäften z. B. ist die wahre Reinheit nur etwa $^1/_2$ Einheit höher als die scheinbare, bei Melassen dagegen bis zu 2—3 Einheiten und darüber. Die Differenz zwischen beiden Arten der Reinheit ist aber auch verschieden je nach dem wechselnden Wassergehalte der Substanz, diese Differenz ist umso grösser, je mehr Wasser die Substanz enthält. Das kommt besonders zum Ausdruck, wenn man die scheinbare Reinheit, aräometrisch oder pyknometrisch, in derselben Substanz erst in unverdünntem und dann in verdünntem Zustand bestimmt. Die scheinbare Reinheit einer Melasse z. B., wenn man sie in unverdünntem Zustande spindelt, soll 62,0 betragen, dann beträgt die scheinbare Reinheit bei einer Verdünnung 1 : 1 etwa 60,5, bei einer Verdünnung 1 : 2 nur mehr 60,0 und sinkt bei noch weiterer Verdünnung noch weiter. Hieraus ist ersichtlich, welcher Wert darauf gelegt werden muss, dass die scheinbare Trockensubstanz stets nach derselben Methode bestimmt wird. Ein anderer Umstand, welcher die Höhe der scheinbaren Trockensubstanz stark beeinflusst, ist der Gehalt des zu untersuchenden Stoffes an Luft. Infolge des Schleuderprozesses (oder des Abnutschens

bei kleinen Proben) enthalten Abläufe und Melasse stets sehr viel Luft, welche natürlich vor der Untersuchung erst entfernt werden muss. Dies kann bei der Zähflüssigkeit dieser Stoffe nur durch Erhitzen geschehen, womit aber eine gewisse Veränderung des Wassergehaltes der Masse fast unvermeidlich verbunden ist. Es ist dies ein Hauptgrund, welcher gegen die pyknometrische Bestimmung der unverdünnten Abläufe usw. spricht, bei welcher eine vorherige Entlüftung der Masse immer notwendig ist, und welche ausserdem bei genauem und sorgfältigem Arbeiten auch noch ziemlich viel Zeit in Anspruch nimmt. Als eine sehr schnelle und bei Innehaltung der erforderlichen Vorsichtsmassregeln doch genaue Bestimmung der scheinbaren Trockensubstanz empfiehlt sich dagegen besonders die nach Verdünnung der Abläufe, die sogenannte Verdünnungsmethode, auch Steuermethode genannt.

Bestimmung der scheinbaren Reinheit nach der Verdünnungsmethode.

In ein becherglasförmiges Gefäss aus Messingblech von etwa $^3/_4$ l Inhalt, welches mit einem Glasstabe auf einer guten Tarierwage tariert ist, wiegt man 250 g der Substanz ein und fügt annähernd 250 g heisses Wasser hinzu. Nachdem man durch Umrühren die Masse vollständig gelöst hat, kühlt man die Mischung durch Einstellen des Gefässes in fliessendes Wasser schnell ab, bringt dann das gut getrocknete Gefäss wieder auf die Waage und ergänzt seinen Inhalt durch vorsichtige Zugabe von Wasser genau auf 500 g. Von dieser Lösung 1 : 1 bringt man das doppelte Normalgewicht mit Wasser und Bleiessig auf 100 ccm und polarisiert; für die

Bestimmung der scheinbaren Trockensubstanz bedient man sich der Spindlung, nachdem man zuvor die Lösung unter Luftleere von der geringen Menge noch vorhandener Luft befreit hat. Man benutzt genaue, in $^1/_{10}{}^0$ geteilte, mit Thermometer versehene Spindeln, welche, damit die Teilung möglichst gross sein kann und die Ablesung genau ausfällt, nur die in Betracht kommenden Grade, 40—50 ° Bx, zeigen. Das Ergebnis der Spindlung ist zu verdoppeln. Wenn die Methode einen sicheren Anhalt liefern soll für den Wassergehalt des untersuchten Stoffes, so muss das Mischungsverhältnis 1 : 1 genau inne gehalten werden. In Fällen, wo das Abwiegen von genau 250 g zu umständlich sein würde, wie bei zähflüssigen Füllmassen, bestimmt man das Gewicht einer beliebigen Menge und verdünnt in der angegebenen Weise auf das doppelte.

5. Zucker.

a) Gewicht.

Die Bestimmung der Ausbeute aus Zucker I. Produktes und Füllmasse II erfordert, dass der erzeugte Zucker sofort gesackt und dabei verwogen wird, oder dass der Zucker, ehe er auf Haufen geworfen wird, mittels Kastenwagen verwogen wird. Wenn am Ende der Woche Zucker in Haufen liegen bleibt, dessen Menge nur geschätzt werden kann, so kann das für eine genaue Bestimmung der Ausbeute und Verluste

in keiner Weise gelten, übrigens ist dies Verfahren der Aufbewahrung nach den neuesten Feststellungen für die Haltbarkeit des Zuckers auch nicht vorteilhaft. Der einzige Fehler, welchen die Gewichtsbestimmung beim Sacken des Zuckers einschliesst, ist die unrichtige Bemessung der Tara für die Säcke. Man nimmt diese allgemein, auch bei Verwendung alter und gebrauchter Säcke, mit einem konventionellen Durchschnittsgewicht an, welches häufig höher ist als das wirkliche Gewicht; aber selbst wenn diese z. B. 1 kg betragende Tara um 200 g zu hoch sein sollte, so betrüge der Verlust an Zucker dadurch nur 0,2 % auf Zucker, oder bei einer Ausbeute von 10—12½ % Erstprodukt nur 0,02—0,025 % auf Rüben. Tatsächlich werden die Säcke ein durchschnittliches Mindergewicht in dieser Höhe nie haben, man kann aber auf jeden Fall diesen Verlust feststellen, wenn man vor dem Sacken jeder Partie die Ballen der zu verwendenden Säcke wiegt, was nur eine geringe Mühe ist, und man kann dann die Verluste auch vermeiden, indem man die Tara nach dem Durchschnittsgewicht der Säcke bemisst. Wenn man am Ende der Betriebswoche, wie dies der Gang der Arbeit von selbst gebietet, den letzten Sud bezw. die letzte Maische gesondert schleudert und den gewonnenen Zucker für sich sackt, so erhält man die Ausbeute an Zucker I bis auf 1 dz genau ausgewogen.

b) Probenahme.

Die Probenahme geschieht, indem die beim Sacken tätigen Arbeiter von jedem 5. oder 10. Sack eine Handvoll Zucker in einem durch einen Deckel verschlossenen Eimer sammeln. Von dem Zucker jeder geschleuderten Maische

oder mindestens in jeder Schicht wird die angesammelte Probe an Ort und Stelle schnell und innig mit den Händen auf einer Feuchtigkeit nicht aufsaugenden Unterlage (Blech) gemischt, wobei die etwa vorhandenen Knoten zerdrückt und gleichmässig in der Probe verteilt werden und am besten ein Doppelmuster davon in sorgfältig verschlossenen Fläschchen, in welche der Zucker fest hineingedrückt ist, in's Laboratorium gegeben. Hier dient der Inhalt des einen Fläschchens, nachdem die Proben eventuell schichtweise zusammengemischt sind, zu der in jeder Schicht vorzunehmenden Untersuchung, welche sich auf Polarisation, allenfalls auch noch auf Aschengehalt und Alkalität erstreckt, während das andere Fläschchen für die nach Schleudern sämtlicher Maischen der vergangenen Woche vorzunehmende vollständige Untersuchung aufbewahrt wird. Zu diesem Zwecke werden diese Proben wieder mit der Hand gut gemischt unter den nötigen Vorsichtsmassregeln gegen Verdunstung, und eine Durchschnittsprobe gezogen, welche ihrerseits auch in gut verschlossenen Fläschchen aufbewahrt wird. Kommt diese Probe nicht sofort zur Untersuchung, so muss sie später erst wieder durchgemischt werden, da die oberen Schichten regelmässig trockener (sirupärmer) sind als die unteren.

Die Probenahme kann aber auch durch den Chemiker selbst geschehen, indem aus jedem 5. oder 10. Sack mittels eines Probestechers eine Probe entnommen wird. Der Probestecher ist eine längs durchschnittene Metallröhre von halbkreisförmigem Querschnitt und einem Durchmesser von mindestens 30 mm, deren Länge der Höhe der Säcke entsprechen muss, und deren unteres Ende zugespitzt ist, während sich am oberen Ende ein Handgriff befindet. Um beim

Mischen der Proben jede Wasserverdunstung mit Sicherheit auszuschliessen, hat Fogelberg einen besonderen Mischapparat konstruiert. Dieser (Fig. 70) besteht aus einer

Fig. 70.

durch Deckel verschlossenen Blechbüchse von ca. 3 l Inhalt, welche mittels Zapfen und Schrauben an einem Räderwerk

befestigt wird, das sie beim Drehen einer Kurbel in eine gleichzeitig drehende und oszillierende Bewegung versetzt. In höchstens 3 Minuten ist die Probe innig gemischt.

Eine gute Kontrolle für die Richtigkeit der auf die beschriebene Weise entnommenen Proben erhält man später aus den Durchschnittsergebnissen der Analysen der Handelschemiker an den von dem vereideten Probenehmer gezogenen Proben. Einen Teil der gezogenen Wochenprobe, wie auch von der aller anderen Füllmassen, Abläufe und Zucker stellt man zurück und wahrt sich dadurch die Möglichkeit, nach Beendigung der Kampagne genaue Durchschnittsanalysen dieser Produkte herzustellen.

c) Untersuchung.

Polarisation.

Auf einer Tarierwaage wägt man das Normalgewicht an Zucker möglichst schnell in eine Schale bekannter Gestalt und spült mittels Wasser in ein 100 ccm-Kölbchen, löst, setzt bei sehr reinen Zuckern zur Klärung aufgeschlemmtes Tonerdehydrat*), im anderen Falle Bleiessig in möglichst geringem Überschuss (10—20 Tropfen genügen meist bei Erstprodukten) zu, füllt bei Normaltemperatur zur Marke auf, filtriert nach einigem Stehen und bringt das Filtrat zur Polarisation.

---

*) Herstellung von Tonerde-Brei (nach Scheibler): Eine nicht zu konzentrierte Lösung von schwefelsaurer Tonerde oder Alaun wird mit einem Überschuss von Ammoniak versetzt, der Niederschlag absetzen lassen, und durch Dekantation oder durch Entfernen der überstehenden Flüssigkeit mittels eines Hebers so oft ausgewaschen, bis alle Salze und das Ammoniak verschwunden sind und Lakmuspapier nicht mehr gebläut wird. Der Brei wird in verschlossenen Flaschen aufbewahrt und vor dem Gebrauch gut geschüttelt.

Inversions-Polarisation.

Diese wird unter Anwendung des $^1/_2$-Normalgewichtes genau in der für Dicksaft beschriebenen Weise ausgeführt, ein Zusatz von Reinigungskohle zu der invertierten Flüssigkeit ist bei Zuckern fast immer unnötig, da diese hell genug ist für die Polarisation.

Wasser.

Zur Wasserbestimmung wiegt man 5 g Zucker in ein tiegelförmiges Messingschälchen von $3^1/_2$ cm Höhe, 5 cm oberem Durchmesser und etwa 30—40 ccm Inhalt so ein, dass er einen lockeren Haufen bildet, und trocknet bei 105—110° bis zur Gewichtskonstanz. Beim Zurückwägen ist zu beachten, dass getrockneter Rohzucker ausserordentlich hygroskopisch ist, man muss also die Wägung sehr beschleunigen oder das Schälchen dabei mit einem tarierten Deckel bedecken. Je nach der Trockenvorrichtung, welche man zur Verfügung hat, wird man leicht eine gewisse Zeit feststellen können, nach Verlauf deren das Gewicht des Zuckers bei weiterer Trocknung nicht mehr abnimmt, man trocknet dann die Zucker ein- für allemal mindestens diese Zeit und kann dann das wiederholte Zurückwiegen sparen.

Asche.

Man wägt 3 g Zucker in ein kleines Platinschälchen mit flachem Boden (oberer Durchmesser etwa 43 mm, unterer Durchmesser 36 mm, Inhalt etwa 15 ccm) und mit Ansatz für die Handhabung mittels der Tiegelzange in der Weise ein, dass man erst annähernd 3 g abwiegt, diese in dem Schälchen in flacher Schicht auf dem Boden andrückt und dann durch einige Körnchen Zucker, welche man nachgibt

oder herausnimmt, das Gewicht genau voll macht. Den Zucker durchfeuchtet man gleichmässig mit etwa 20 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure, welche man tropfenweise in möglichst geringer Menge zusetzt; wenn die Masse dann bald sich zu bräunen und zu schwärzen beginnt, erhitzt man über einer starken Gasflamme und bringt die verkohlte Masse in einer der früher beschriebenen Einrichtungen zur Veraschung. Die Anwendung von 3 g hat den Vorteil, dass man — gemäss den Grundlagen der Schwefelsäure-Methode — die gefundene Aschenmenge nur mit 30 zu multiplizieren braucht, um den prozentischen Anteil auf Zucker zu erhalten.

Rendement.

Das Handels-Rendement erhält man bekanntlich, indem man den 5-fachen Betrag der Asche vom Betrage der direkten Polarisation abzieht.

Alkalität.

Man löst 10 g Zucker in einer Porzellanschale mit 100 ccm neutralem Wasser. Bei gesunden Zuckern wird die Alkalität in der Regel so hoch sein (0,005—0,010 % CaO gegen Phenolphtaleïn), dass man sie mit der allgemein gebräuchlichen $^1/_{28}$-Normalschwefelsäure quantitativ bestimmen kann. Als Indikator dient Phenolphtaleïn, zum Vergleich eventuell auch Rosolsäure. Für Zucker, welche nur eine sehr schwache Alkalität zeigen, muss man gemäss der von Herzfeld *(Vereinszeitschr. 1900, I, 442)* ausgearbeiteten Methode vorgehen, welche eine $^1/_{280}$-Normalsäure benutzt. Man übergiesst und löst 10 g Zucker mit 100 ccm (bei sehr dunklen Zuckern mit entsprechend mehr) neutralem phenolphtaleïnhaltigen Wasser; tritt eine Rotfärbung auf, so ist

der Zucker alkalisch. Erscheint diese Rotfärbung nur schwach oder unbestimmt, so gibt man langsam von der erwähnten Säure zu; tritt hierbei ein Farbenumschlag ein, so ist der Zucker als alkalisch, im anderen Falle als sauer zu bezeichnen. Das neutrale Wasser stellt man her, indem man zu 2 l vorher aufgekochtem destillierten Wasser 1 ccm Phenolphtaleïnlösung (1 Teil Phenolphtaleïn zu 30 Teilen 90 % igen Alkohols) fügt und darauf soviel einer auf die $^1/_{280}$-Schwefelsäure gestellten Natronlauge hinzugibt, bis eine schwache Rotfärbung verbleibt. Unmittelbar vor der Untersuchung gibt man zu diesem Wasser soviel $^1/_{280}$-Schwefelsäure, dass die Rotfärbung gerade wieder verschwindet, und zwar sollen für 100 ccm Wasser nicht mehr als 0,5 ccm der $^1/_{280}$-Schwefelsäure zur Neutralisation nötig sein.

Invertzucker.

Ein Zucker, welcher aus normalen Füllmassen von natürlicher Alkalität, d. h. solchen Füllmassen, denen die Alkalität nicht durch Zusatz von Ätznatron oder Kalk zum Dicksaft oder Sirup künstlich beigelegt ist, hergestellt worden ist und selbst alkalisch reagiert, kann Invertzucker nicht enthalten, eine Untersuchung darauf ist also in der Regel dann nicht nötig. Wohl aber kann, aus den angedeuteten Gründen, bei alkalischen Zuckern, deren Herkunft und normale Darstellungsart man nicht mit Sicherheit kennt, Invertzucker vorhanden sein.

Für die Invertzucker-Bestimmung benutzt man 10 g Zucker, welche zu 50 ccm gelöst sind, indem man diese Lösung in einer der weiter oben angegebenen Weisen herstellt. Vielfach wird man das zur Polarisation dienende Filtrat benutzen können, wenn nur wenig Bleiessig verwendet

war, und hiervon 38,4 ccm nehmen, welche man mit Wasser auf 50 ccm verdünnt. Die weitere Untersuchung geschieht genau nach einer der früher angegebenen Methoden.

---

6. Ablaufsirup.

Die Menge des Ablaufes vom I. Produkt braucht in der Regel nicht bestimmt zu werden, ebensowenig seine genaue Zusammensetzung, da er vollständig auf Füllmasse II. Produktes verkocht wird, und deren Menge und Zusammensetzung für die Verlust- und Ausbeute-Berechnung massgebend ist; dabei muss Voraussetzung sein, dass durch den Kochprozess eine Änderung der Zusammensetzung des Ablaufes und insbesondere eine Zuckerzerstörung nicht stattfindet. Mengenbestimmungen beim Ablauf beschränken sich daher auf die Ermittelung der Mengen, welche zur Erstproduktfüllmasse beim Kochen und beim Maischprozess zugezogen werden, und auf die geringe Menge Ablauf, welche eventuell von einer Betriebswoche in die andere übernommen werden muss, weil sie für einen besonderen Nachproduktsud nicht mehr ausreicht. Etwas anders liegt die Frage der Bestimmung der Endprodukte, wenn die Füllmasse II mit Zuzug von mit Sirup aufgemaischtem Zucker irgend welcher Art verkocht wird, wie sich dies bei der Verkochung auf Korn zur Anregung der Kristallisation bei Sirupen von niedriger Reinheit zuweilen nötig erweist. In diesem Falle ist die Zusammensetzung des Ablaufes, welche dann genau ermittelt werden muss, massgebend für die Zusammensetzung der Füllmasse II; eine Feststellung der Menge des Ablaufes ist jedoch auch hier,

mit der oben genannten Ausnahme, nicht nötig, man bestimmt vielmehr — wie hier vorausgenommen sei — die Menge der Füllmasse II und bringt die zuvor ermittelte Menge des zugezogenen Zuckers in Abzug.

Für die Ermittelung der Menge des Ablaufes und aller folgenden Produkte bedient man sich, ihrer Natur entsprechend, der Messung, weil die an sich genauere Verwiegung zu grosse Schwierigkeiten bieten würde. Die Fehler, die bei der Messung unterlaufen können, fallen bei diesen Endprodukten nur wenig in's Gewicht, weil ihre Menge, auf verarbeitete Rüben bezogen, nur noch gering ist. Für die Messung muss man die Grössenverhältnisse der in Betracht kommenden Sammelgefässe kennen, ferner die Höhe des Flüssigkeitstandes in ihnen, welche man entweder durch Schwimmer oder genauer durch direkte Messung der bis zur vollständigen Füllung des Gefässes fehlenden Höhe feststellt. Zur Umrechnung der Volumeneinheiten auf Gewichteinheiten bedarf man dann noch des spezifischen Gewichtes der bei der Messung herrschenden Temperatur des Sirups, welche man durch Spindlung einer Probe an Ort und Stelle schnell feststellen kann; wenn man diese Spindlung bis auf 1 ° Bx feststellt, so ist schon eine genügende Genauigkeit erreicht. Aus Volumen und spezifischem Gewicht berechnet man in bekannter Weise das Gewicht des Sirups.

Zur Probenahme des Ablaufes lässt man in regelmässigen Abständen von etwa 1 Stunde aus sämtlichen Sammelgefässen oder aus einem derselben, dessen Inhalt sicher dem Durchschnitt entspricht, eine kleine Probe entnehmen und diese in einer Kanne ansammeln, welche nach jeder Schicht zur Untersuchung kommt. Man wird auf diese Weise mit Sicherheit eine gute Durchschnittsprobe bekommen, weil in

den ziemlich grossen Sammelkästen schon eine teilweise Mischung des Inhaltes stattfindet. Die Untersuchung am Ende jeder Schicht kann sich auf die Bestimmung des scheinbaren Quotienten (und damit auch der scheinbaren Trockensubstanz) nach der Verdünnungsmethode und der Alkalität beschränken. Die Probe wird zuvor gut durchgerührt, nachdem etwa auskristallisierter Zucker durch Erwärmen gelöst ist, wobei das betreffende Gefäss gut verschlossen sein muss, damit kein Wasser verdunsten kann. Die Ansammlung einer Durchschnittsprobe für vollständige Untersuchung am Ende der Woche ist, wie erwähnt, nur nötig, wenn das Nachprodukt unter Zuzug gekocht wird; es wird dann von der Durchschnittsprobe jeder Schicht eine gemessene Menge in ein Sammelgefäss gegeben, bis der Ablauf des letzten Sudes der Woche vorliegt, die Probe dann in der angegebenen Weise gemischt und untersucht.

Die vollständige Untersuchung erstreckt sich auf dieselben Bestimmungen wie bei der Füllmasse I, besonders auch auf die Vergleichung von scheinbarer und wahrer Reinheit, die auch in gleicher Weise ausgeführt werden. Für die Alkalitätsbestimmung des oft schon sehr dunkel gefärbten Ablaufes bedarf man des Zusatzes von sehr viel Wasser. Das Erkennen der Endreaktion wird erleichtert, wenn man an dem Rande der Schale einen Tropfen der Indikatorlösung in die Flüssigkeit rinnen lässt und die auftretende Farbenreaktion beobachtet. Die Analyse muss nach dem ermittelten Wassergehalte der Füllmasse II auf diese umgerechnet werden, wenn sie für die Berechnung der Ausbeute dienen soll.

7. Nachprodukt-Füllmasse.

a) Menge.

Die Menge der Nachprodukt-Füllmasse wird gleichfalls durch Vermessen ermittelt; das hierüber oben gesagte gilt auch hier. Man misst die Füllmasse sofort nach dem Ausfüllen, wo sie, dank der hohen Temperatur, ziemlich leichtflüssig ist und die Behälter gleichmässig ausfüllt. In diesem Falle stellt man immer die zur vollständigen Füllung des Gefässes (Kasten oder Maische) fehlende Höhe durch direkte Messung fest und berechnet aus den Abmessungen des Gefässes dann das Volumen. Vorteilhafter Weise stellt man sich für diese Gefässe Tabellen auf, welche den Inhalt für jede Füllhöhe anzeigen. Bei Maischen mit Rührwerk muss man einen bestimmten Betrag, welcher auf irgend eine Weise ermittelt ist, für den Raum in Abzug bringen, welchen das Rührwerk einnimmt; man berechnet diesen meist nur geringen Betrag ein für allemal in Prozenten des Gesamtinhaltes. Der andere Faktor zur Ermittelung des Gewichtes ist das spezifische Gewicht der Füllmasse bei der Temperatur der Messung. Dieses wird in derselben Fabrik, wo fast immer dieselbe Arbeitsweise der Nachproduktverkochung inne gehalten wird, bei jedem Sude ziemlich das gleiche sein; man ermittelt es in der Weise, dass man blank gekochte Füllmassen beim Ausfüllen direkt spindelt, vorteilhafter jedoch, indem man einen Kasten von bekanntem Gewicht und Inhalt (letzteres durch Auswiegen mit Wasser ermittelt) mit der frisch ausgefüllten Füllmasse füllt und wiegt. Dies letztere Verfahren ist das allein zulässige bei auf Korn gekochten Füllmassen, deren spezifisches Gewicht man durch Spindeln nicht genau ermitteln kann. Nachdem man für

die besonderen Verhältnisse einer Fabrik das spezifische Gewicht der Füllmasse II beim Ausfüllen auf die eine oder andere Weise mehrmals bestimmt hat, kann man das daraus berechnete durchschnittliche spezifische Gewicht immer für die Umrechnung beibehalten, ohne es bei jedem Sud auf's neue zu ermitteln, solange an der Konzentration, mit welcher der Sud abgelassen wird, nichts geändert wird. Eine Kontrolle für die Richtigkeit des angenommenen spezifischen Gewichtes bietet die Feststellung des spezifischen Gewichtes der gezogenen Füllmasse-Proben, welches man in der früher angegebenen Weise auf die Temperatur der Messung umrechnet. Nach vielen hiesigen Ermittelungen beträgt das spezifische Gewicht einer normalen, etwa 8 % Wasser enthaltenden, auf Korn gekochten Füllmasse II. Produktes durchschnittlich 1,45. Wenn zu Beginn einer neuen Betriebswoche ein Sud zu einem Teil aus Ablauf der alten Woche, zum anderen aus solchem der neuen Woche gekocht wird, so zählt er zur neuen Woche unter Abzug der Menge des alten Ablaufes, welche man durch Messung ermittelt und der alten Woche zurechnet.

b) Probenahme.

Da in der Nachprodukt-Füllmasse entweder gar kein oder doch nur verhältnismässig wenig und feineres Korn enthalten ist und sie auf eine höhere Temperatur erhitzt werden muss als Erstprodukt-Füllmasse, so stellt sie eine ziemlich homogene Masse dar, und es ist demgemäss viel leichter, eine gute Durchschnittsprobe eines Sudes zu nehmen als beim Erstprodukt. Man wird beim Ausfüllen etwa von 2 — 3 verschiedenen Stellen, als z. B. zu Anfang, Mitte und Ende, je eine Probe durch einen Löffel nehmen und in einer

Blechdose mit gut schliessendem Deckel vereinigen. Da die Zahl der Nachproduktsude in der Regel nur gering ist (häufig nur ein Sud täglich) und die Kenntnis der Konzentration und Reinheit sehr wesentlich ist für die weitere Behandlung der Füllmasse, so wird man vorteilhaft jeden Sud untersuchen; falls Verkochung auf Korn vorliegt, auch eine Probe des Muttersirups jedes Sudes beim Ausfüllen, den man von einer in gleicher Weise entnommenen Probe durch Abnutschen gewinnt. Im allgemeinen wird hierbei die Bestimmung der scheinbaren Trockensubstanz und der scheinbaren Reinheit durch die Verdünnungsmethode genügen, wenn diese streng unter den früher beschriebenen Bedingungen ausgeführt wird. Von den Restmustern der Füllmasse der einzelnen Sude stellt man am Ende der Woche ein Durchschnittsmuster her, wozu man die Masse wegen ihrer Zähflüssigkeit zuvor in verschlossenen Gefässen vorsichtig auf dem Dampfbade usw. erwärmt und dann schnell mischt, um Verdunstungsverluste möglichst zu vermeiden. Wenn Sude, wie dies vorkommen kann, zu einem Teil aus Sirup der alten Woche, zum anderen aus Sirup der neuen, gekocht werden, so nimmt man die Probe zu derjenigen Woche hinzu, welche die grössere Menge des Sirups dazu liefert.

c) Untersuchung.

Die Durchschnittsprobe unterliegt der vollständigen Untersuchung auf dieselben Bestandteile und in derselben Weise wie Füllmasse I. Ihre Zähflüssigkeit erfordert oft, dass sie etwas erwärmt wird vor dem Abwägen, das dann zur Vermeidung von Verdunstungsverlusten um so schneller geschehen muss und unter Beobachtung der dafür allgemein

geltenden Vorsichtsmassregeln, wie Bedeckung der Schalen usw. Im besonderen sei folgendes bemerkt:

Polarisation.

Für Polarisation wird man in diesem Falle zuweilen vorziehen, ein beliebiges Quantum in ein Zuckerschälchen zu bringen, dessen Gewicht auf der chemischen Waage festzustellen und den späteren Polarisationsbefund durch Proportionsrechnung auf das Normalgewicht umzurechnen. Anderenfalls bringt man das $^1/_2$-Normalgewicht zur Abwiegung, löst unter Verwendung von kochendem Wasser durch Verrühren mit einem pistillförmigen Glasstäbchen und spült in einen 100 ccm-Kolben. Nach der Abkühlung gibt man Bleiessig hinzu, der grösseren Menge der vorhandenen Nichtzuckerstoffe entsprechend in grösserer Menge (man braucht bis zu 10 ccm für das $^1/_2$-Normalgewicht) als gewöhnlich; es ist zu empfehlen zuweilen festzustellen, welcher Bleiessigzusatz nötig ist, um alle drehenden Nichtzuckerstoffe auszufällen oder mit anderen Worten, um die niedrigste Polarisation zu erhalten.

Wasser.

Man wiegt etwa 2 g ab, wärmt das damit beschickte Schälchen erst einige Zeit im Trockenschrank an und mischt dann in üblicher Weise.

Kalk.

Für die Kalkbestimmung mittels Seifenlösung benutzt man, dem höheren Kalkgehalt entsprechend, nur 1 g Substanz.

d) Kontrolle der Kristallisatoren (oder Kästen).

Um den Fortschritt der Entzuckerung des Sirups durch Kristallisation festzustellen, ferner bei Verfahren der Nachproduktverarbeitung, welche Melasse oder Wasser zur Verdünnung der Masse (Verminderung der Übersättigung) verwenden, zur Kontrolle des Wassergehaltes der Füllmasse, ist es vorteilhaft, von Zeit zu Zeit Proben der Muttersirupe zu entnehmen und in diesen die scheinbare Reinheit und scheinbare Trockensubstanz, welche in der Regel genügenden Anhalt zur Beurteilung liefern werden, zu bestimmen.

Bei der Arbeit in Kristallisatoren mit Rührwerken, in welchen beispielsweise die Kristallisation nach 4 Tagen im wesentlichen beendet sein soll, wird man am 2. und 4. Tage nach dem Ausfüllen von je einer Probe der Füllmasse, welche aus dem homogenen Inhalte der Maischen leicht zu nehmen ist (man muss nur darauf achten, dass eine zuvor zugesetzte Menge von Wasser oder Melasse vollständig mit der Masse vermischt ist), den Muttersirup abnutschen und damit die erwähnten Untersuchungen vornehmen. Das Abnutschen muss bei der Temperatur geschehen, welche gerade in der Maische herrscht; man erreicht dies, indem man Wasser von der entsprechenden Temperatur in den Doppelmantel der Nutsche einfüllt. Nach dem Befunde der Untersuchungen wird man die weitere Arbeit regeln, noch mehr verdünnen oder nicht, schneller oder langsamer abkühlen usw. Ferner nimmt man eine Probe beim Abschleudern der betreffenden Maische, am besten aus dem Kasten unter den Zentrifugen, in welchem sich der Ablauf sammelt; ist der Kasten so klein, dass er nur einen Teil des von einer Maische ablaufenden Sirups oder Melasse fasst, so nimmt man entsprechend mehrere Proben, welche man zu einer Durchschnittsprobe

vereint, und untersucht diese gleichfalls auf den scheinbaren Quotienten. Man wird daraus leicht erkennen, ob der Schleuderprozess richtig verlaufen ist oder ob Fehler (zu starkes Anwärmen, Verwendung von Dampf oder Wasser) vorgekommen sind.

Bei der Füllmassenarbeit in Kästen oder Reservoiren verfährt man entsprechend, indem man eine Probe gegen Ende des Kristallisationsprozesses, eine andere nach Verlauf der Hälfte dieser Zeit entnimmt. Man muss dazu eine Durchschnittsprobe aus der ganzen Höhe des Kastens nehmen und bedient sich dazu einer Röhre, welche man auf den Boden stösst, dann am oberen Ende verstopft und herauszieht, als Probestecher. Ein anderer geeigneter Probestecher ist der für die Entnahme der Verkaufsmuster der Melasse vorgeschriebene Probestecher, welcher aus 2 ineinander verschiebbaren längs geschlitzten Röhren besteht. Die Untersuchung dieser Proben, sowie die Kontrolle des Schleuderprozesses geschieht in der gleichen Weise wie oben.

---

8. Beispiel der Bestimmung der Endprodukte für die Verlustberechnung.

a) Bei Verkochung der Füllmasse II ohne Einwurf.

Eine Fabrik hat in der 4. Woche verarbeitet

50000 dz Rüben mit **15,20 %** Zucker

Gewonnen a) 6250 dz Zucker I

= 12,50 % von 96,0 ° Pol. = **12,00 %** „

ferner erzeugt 8 Maischen zu

je 12 cbm Füllmasse II = 96 cbm,

zu übertragen **12,00 %** „

Übertrag **12,00** % Zucker

deren spezif. Gewicht beim
Ausfüllen (90°) = 87½° Bx = 1,47 spez. Gew.,
also Füllmasse II = 96 × 14,7 = 1411 dz,
unverkochter Sirup in den
Sammelkästen 10,0 cbm,
Sirup aus der Vorwoche übernommen, welcher in der laufenden Woche mit auf Füllmasse II verkocht wurde,
also in Abzug zu bringen ist 2,8 cbm
bleiben unverkocht 7,2 cbm,
diese spindeln bei der Temperatur der Messung (30°) 81 Bx = 1,42 spez. Gew.,
also unverkochter Sirup
= 7,2 × 14,2 = 102 dz,
im Durchschnitt der Woche hat man aus Sirup von 82 Bx = ca. 80 w. Tr.-S. erhalten Füllmasse II von 94,5 Bx = ca. 92 w. Tr.-S., daher erhält man aus 100 Teilen Sirup, nach der Formel

$$100 : x = 92 : 80$$

x = 87 Teile Füllmasse II, also aus 102 dz Sirup

$$102 : 100 = x : 87$$

$$x = 89 \text{ dz Füllmasse II,}$$

daher insgesamt erzeugt 1411 + 89 =
b) 1500 dz Füllmasse II
= 3,00 % von 65,0 Pol. = **1,95** %
im Ganzen: gewonnener Zucker = **13,95** %
Gesamtverlust = **1,25** %.

b) Bei Verkochung der Füllmasse II mit Einwurf.

Eingeführt: 50000 dz Rüben
= 100 % von 15,2 Pol. = **15,20** Zucker

Gewonnen: a) 6250 dz Zucker I
= 12,50 % von 96,0 Pol. = **12,00** Zucker

b) 1499 dz Füllmasse II
= 3,00 % von 65,0 Pol. = **1,95**

insgesamt: Gewinn = **13,95**

Verlust = **1,25**

Menge und Polarisation der Füllmasse II ergaben sich wie folgt:

Erzeugt 8 Maischen Füllmasse II zu
je 12,5 cbm = 100 cbm,

durchschnittl. spez. Gewicht beim Ausfüllen
= 87½ Bx = 1,47 spez. Gew.

also Füllmasse II = 100 × 14,7 = 1470 dz

davon kommen in Abzug 8 . 7,5 dz
eingeworfener Zucker = 60 dz

bleibt als reine Füllmasse 1410 dz

dazu (wie bei Beispiel a) für den Überschuss an überbleibendem Sirup über den aus der Vorwoche übernommenen Sirup, in Füllmasse umgerechnet 89 dz

Gesamtmenge der reinen Füllmasse II 1499 dz

Nach den Untersuchungen der Wochendurchschnittsproben hatte der Sirup 80,0 % Trockensubstanz und 56,5 ° Pol. die Füllmasse II 92,0 % Trockensubstanz

daher $80 : 92 = 56{,}5 : x$

$x = 65{,}0$

Polarisation der reinen Füllmasse II = 65,0.

9. Nachproduktzucker und Abläufe vom Nachprodukt.

Für die Mengenermittlung, Probenahme und Untersuchung der Zucker II. Produktes und weiterer Produkte, sowie der Abläufe von den entsprechenden Füllmassen gilt sinngemäss das für Zucker I. Produktes und Ablauf I gesagte. Für die Verlustbestimmung sind diese Ermittlungen zwar nicht nötig, fallen aber doch in den Rahmen der Betriebskontrolle. Man wird diese ausüben, indem man von jeder Maische oder Kasten mit Nachproduktfüllmasse, welche geschleudert werden, eine Durchschnittsprobe des Zuckers und des Ablaufes entnimmt und einer Untersuchung auf die wichtigsten Bestandteile (bei Zucker auf Polarisation, vielleicht auch Asche und Alkalität, bei Abläufen auf scheinbaren Quotienten und Alkalität) unterzieht. Die untersuchten Proben vereinigt man wochenweise zu Durchschnittsmustern, welche man vollständig untersucht. In diesen Fällen ist es nicht angebracht, eine genaue Trennung dieser Produkte nach den Betriebswochen, aus welcher die betreffende Füllmasse stammt, durchzuführen, da selbst bei den modernen Verfahren der Nachproduktverarbeitung durch Verkochung auf Korn die Trennung der Nachproduktfüllmassen in Zucker und Ablauf mindestens noch 4—6 Tage nach dem Ablassen des Sudes, bei dem Verfahren der Blankkochung noch bedeutend mehr Zeit erfordert. Man mischt daher besser alle derartigen Produkte an dem Tage, wo der letzte Zweitproduktsud der Betriebswoche fällt (wenn die Betriebswoche Sonntag früh endigt, so wird dies etwa am Dienstag der Fall sein). Wenn der Ablauf vom II. Produkt noch einmal eingekocht wird, so ist es überflüssig, vollständige Analysen seiner Wochendurchschnittsprobe zu machen, sondern es dient hierzu die

Durchschnittsprobe der eingekochten 3. Füllmasse. Zur Gewichtsbestimmung kommt von den genannten Produkten nur der Zucker, ferner der letzte Ablauf, d. h. die Melasse, jedoch nicht in dem Zustande, wie sie von den Zentrifugen abläuft, sondern in der Konzentration, welche sie beim Verlassen der Fabrik oder des Betriebes hat, da sie in den Sammelgefässen beim Anwärmen vielfach verdünnt wird, um sie leicht flüssiger zu erhalten; sie muss dann natürlich auch in diesem Zustande untersucht werden. Aus der Menge und dem Zuckergehalte sämtlicher Zuckerprodukte und der Melasse erhält man nach Beendigung der Kampagne eine definitive Verlust- und Ausbeuteberechnung, welche aber bis auf einige Hundertstel Prozent, die als Versuchsfehler anzusprechen sind, mit der Berechnung aus Erstproduktzucker und Zweitproduktfüllmasse übereinstimmen muss.

---

10. Melasse.

a) Menge.

Die Menge der Melasse wird wohl in den meisten Fabriken doppelt festgestellt, das erste Mal in den Sammelbehältern (Kästen, Gruben usw.), wenn diese mit der verkaufsfertigen Melasse gefüllt sind, und das zweite Mal durch Verwiegung der Fässer, Zisternenwagen usw., wenn die Melasse aus der Fabrik geht. Die letztere Bestimmung, welche ja oft erst lange Zeit nach Beendigung der Kampagne vorliegt, dient zur Kontrolle der ersteren, welche man für die definitive Verlustbestimmung vorziehen wird, weil man sie eher (in Fabriken, welche nur zwei Produkte Zucker und

Melasse erzeugen, schon etwa eine Woche nach Beendigung der eigentlichen Kampagne) vornehmen kann. Die Vermessung geschieht nach den bekannten Prinzipien, das spezifische Gewicht ermittelt man durch Spindlung von Proben der einzelnen Behälter, meist wird auch die durchschnittliche Spindlung, die von den Verkaufsmustern regelmässig festgestellt wird, für die Berechnung des Gewichtes genügen, zumal im geregelten Betriebe die Schwere der Melasse ziemlich gleich bleibt.

b) Probenahme.

Die Probenahme richtet sich ganz nach den besonderen Verhältnissen, welche in den einzelnen Fabriken vorliegen. Wenn z. B. die Melasse in dem Zustande bleibt, in welchem sie von den Zentrifugen abläuft, so kann man die dort zur Kontrolle der Schleuderarbeit der einzelnen Maischen oder Kästen entnommenen Proben, welche man für sich, wie erwähnt, nur auf scheinbare Quotienten untersucht, zu wöchentlichen Durchschnittsproben ansammeln, welche dann vollständig untersucht werden. In anderen Fällen wird die Melasse, um sie leichflüssiger zu machen, erst durch Dampfschnattern angewärmt und geht dann in Sammelkästen. Aus diesen nimmt man Durchschnittsproben, entweder in der früher beschriebenen Weise durch einen Probestecher oder durch eine als solcher dienende Röhre; man erhält auch ein ganz gutes Muster der an sich schon ziemlich gleichmässigen Masse, wenn man einen Stock von entsprechender Länge bis auf den Grund des Behälters stösst, ihn schnell herauszieht und die anhaftende Melasse in ein Sammelgefäss abstreift. Der für Verkaufsanalysen vorgeschriebene Probestecher besteht aus zwei ineinander geschobenen, röhrenförmigen, leicht ver-

schiebbaren Hülsen aus starkem Metall, welche mit einem von oben bis unten durchgehenden Schlitz versehen sind. Der Durchmesser der inneren Hülse muss mindestens 40 mm, die Breite des Schlitzes mindestens 25 mm betragen, die Länge richtet sich nach dem grössten Durchmesser der Fässer. Man schiebt den Stecher geschlossen in die Melasse, öffnet ihn einige Zeit, schliesst ihn wieder, zieht ihn heraus und nimmt für die Probe, nachdem die aussen anhaftende Melasse abgestreift ist, nur die im Stecher befindliche Melasse. Zuweilen wird ein Teil der Melasse in Kästen angesammelt, ein anderer geht sofort zum Versand in Bassinwagen. Dann misst und probt man die Melasse sowohl aus den Kästen als auch aus diesen Wagen in der gleichen Weise. Kommt die Melasse in Fässern partieweise zum Versand, so probt man jedes 5. oder 10. Fass der Partie durch Probestecher und sammelt so ein Durchschnittsmuster der Partie. Die auf die eine oder andere Weise erhaltenen Durchschnittsmuster werden, wie erwähnt, nur auf scheinbare Reinheit, bei Verkaufsendungen auch auf spezifisches Gewicht im unverdünnten Zustande untersucht; nach Schluss der Betriebswoche werden sie sämtlich zu einem einzigen Durchschnittsmuster gemischt, indem man von jedem einzelnen Muster gleich grosse Mengen in ein Sammelgefäss abmisst, das ganze gut durchrührt oder durchknetet und einen Teil der Mischung in eine Flasche entnimmt.

c) Untersuchung.

Die Untersuchung erstreckt sich auf dieselben Punkte, wie bei allen zuvor behandelten Produkten des Zuckerhauses, die Ausführung der Untersuchungen erfolgt sinngemäss nach

den beschriebenen Methoden. Im besonderen ist folgendes zu erwähnen:

Polarisation.

Man benutzt nur das $^1/_2$-Normalgewicht, zur Klärung mit Bleiessig bedarf man bis zu 15 ccm.

Asche.

Die Bestimmung der Asche wird meist unterlassen; die Melasse ist sehr schwer verbrennlich, man muss daher eine ziemlich grosse Menge Schwefelsäure auf etwa 2 g Substanz verwenden.

Kalk.

Für die Kalkbestimmung benutzt man 1 g Substanz.

Spezifisches Gewicht.

Für die Analysen der verkauften Melasse wird in der Regel das spezifische Gewicht der unverdünnten Melasse, ausgedrückt in ^{0} Bx, noch häufiger in alten Baumé-Graden, verlangt. Dieses ist, wie erwähnt, niedriger als das nach der Methode der doppelten Verdünnung gefundene spezifische Gewicht. Man kann es in den meisten Fällen genügend genau durch direkte Spindelung der entlufteten Melasse bestimmen, für Untersuchungen, bei welchen vollkommene Genauigkeit geboten ist (Schiedsanalysen), muss man die pyknometrische Methode anwenden.

Für die direkte Spindelung entluftet man eine grössere Menge Melasse, ca. 2 — 3 l, indem man sie etwa $^1/_2$ Stunde auf einem Dampfbade, dessen Deckel einen entsprechenden Ausschnitt besitzt, in einem Trichter erhitzt. Der Trichter

besitzt die in Fig. 71 skizzierte Gestalt und Grösse, er ist mittels eines Einsteckdeckels dicht verschliessbar, oberhalb seines Auslaufes befindet sich ein Siebeinsatz aus Zentrifugen- oder Drahtnetzsieb, welches gröbere Verunreinigungen (Holzstückchen usw.) zurückhält. Der Auslauf kann durch einen eingelöteten Gashahn ($^3/_8$—$^1/_2$") verschlossen werden, andernfalls durch ein (festgebundenes) Stück Schlauch mit Schraub-Quetschhahn. Ist die Melasse durch das Erhitzen dünnflüssig geworden, so lässt man sie aus dem Trichter, nachdem die untersten Partien, welche oft noch feinere Verunreinigungen enthalten, weggelaufen sind, in einen Zylinder von weiterem Durchmesser (etwa 80 mm) einlaufen und, nachdem man diesen durch eine aufgelegte Glasplatte gut bedeckt hat, hierin erkalten. Wenn die Masse bis auf etwa 25° abgekühlt ist, senkt man die Spindel ein, nachdem man zuvor die oberste, durch Verdunstung etwas zähflüssig gewordene und noch etwas schaumige Schicht entfernt hat, und liest nach längerer Zeit ab, wenn die Spindel nicht mehr tiefer einsinkt. Man benutzt Spindeln mit Thermometern, von 60—90° Bx zeigend, welche in $^1/_{10}$° eingeteilt sind.

Fig. 71.

Für die pyknometrische Bestimmung des spezifischen Gewichtes der Melasse benutzt man vielfach die Methode von Sidersky, nach welcher man die in einem Glastrichter durch Dampf erhitzte und entluftete Melasse in ein tariertes gewöhnliches 50 ccm-Kölbchen, dessen Hals etwa 1 cm oberhalb der Marke abgesprengt ist, so einfüllt, dass dieses zu

etwa $^4/_5$ gefüllt ist. Nach dem Abkühlen wiegt man, füllt dann mit destilliertem Wasser zur Marke auf und wiegt wieder. Während die erstere Wägung das Gewicht der Melasse angibt, kann man mit Hilfe der zweiten ihr Volumen berechnen, da man nur die Anzahl Wasser in g oder ccm, welche zugefügt wurden, von 50 abzuziehen braucht. Gewicht durch Volumen dividiert ergibt in bekannter Weise das spezifische Gewicht.

Diese Methode ist aber wenig zu empfehlen, weil die Melasse, namentlich wenn sie in so geringen Mengen erhitzt wird, ihr spezifisches Gewicht infolge Wasserverdunstung nicht unwesentlich ändert, während man von einer pyknometrischen Bestimmung absolute Genauigkeit verlangt. Man verfährt daher vorteilhafter nach der von Genieser angegebenen Methode, welche auf denselben Prinzipien beruht. Die ganz schwach angewärmte, mittels Durchgiessen durch ein Drahtnetz von mechanischen Verunreinigungen befreite Melasse wird in ein 50 ccm-Kölbchen mit abgesprengtem Hals eingegossen, sodass dieses zu etwa $^3/_4$ gefüllt ist, und dieses gewogen. Sodann erhitzt man das Kölbchen in einem siedenden Wasserbad, bis alle Luftblasen nach oben gestiegen sind und sich nur noch ein feiner Schaum auf der Oberfläche der Melasse zeigt. Man lässt dann abkühlen und füllt mit Wasser auf, wobei man erst dann zur Marke einstellt wenn die letzten Schaumbläschen zergangen sind, und wägt wieder. Ist das Gewicht der Melasse G, das Gewicht des Wassers W, so ist das Volumen der Melasse $= 50 - W$ und das spezifische Gewicht

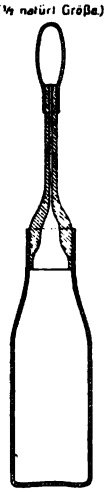
$$S = \frac{G}{50 - W} .$$

Das verdunstete Wasser verursacht bei dieser Methode keinen Fehler, da ja die Melasse kalt gewogen wird.

Die Ausführung dieser Methode wird sehr erleichtert durch das von Baumann *(Korresp.-Bl. 1891, 7)* angegebene Pyknometer. Dieses besteht, wie nebenstehende Skizze (Fig. 72) zeigt, aus einem Fläschchen von etwa 25—30 ccm Inhalt, welches durch einen Glasstopfen verschlossen ist, dessen Durchbohrung in eine Kapillare von 3—4 cm Länge ausläuft. Die Kapillare ist oben abgeschliffen und trägt, als Schutz gegen Verdunstung der eingefüllten Flüssigkeit, ein aufgeschliffenes Häubchen. Man bestimmt zuerst den Inhalt des Pyknometers, indem man es soweit mit Wasser von 17,5 ° füllt, dass beim Aufsetzen des Stopfens noch einige Tropfen aus der Kapillare heraustreten. Diese Füllhöhe bezeichnet man zweckmässig durch eine Marke. Man wischt dann das Fläschchen sauber ab, sodass die Kapillare genau bis zu ihrer oberen Öffnung gefüllt bleibt, setzt das Häubchen auf und wiegt zurück. Bei der Bestimmung des spezifischen Gewichtes füllt man nunmehr das gewogene Fläschchen zu etwa $^1/_2$—$^2/_3$ seines Inhaltes mit der kalten Melasse, indem man die Vorsicht beobachtet, den Hals des Fläschchens nicht mit Melasse zu benetzen, und bestimmt durch Wägung die Menge der eingefüllten Melasse. Sodann entluftet man in der oben beschriebenen Weise, füllt nach dem Abkühlen bis etwas über die erwähnte Marke mit Wasser auf, setzt den Stopfen auf, wischt das überfliessende Wasser gut ab und wägt nach Aufsetzen des Häubchens wieder. Die Differenz der 1. und 2. Wägung gibt die Menge des an dem Füllungs-Volumen

Fig. 72.

Pyknometer für Melasse
(½ natürl. Größe)



des Fläschchens fehlenden Wassers an, man berechnet daraus das Volumen der Melasse und deren spezifisches Gewicht in analoger Weise wie oben.

Invertzucker.

In der Regel verfährt man in der für Dicksaft angegebenen Weise, indem man mit einer 10 g Substanz enthaltenden Lösung operiert. Zuweilen beobachtet man hierbei, dass die Kupferniederschläge gelbliche bis grüne Färbung haben, also nicht aus reinem Kupferoxydul bestehen. Diese Erscheinung wird hervorgerufen durch Überhitzungsprodukte des Zuckers. Man kann ihr Auftreten verhindern, indem man nur 5 g Substanz zu 50 ccm löst und diese Lösung in der vorgeschriebenen Weise mit Fehling'scher Lösung behandelt. Die Menge des Invertzuckers ergibt sich aus der erhaltenen Menge Kupfer dann nach der von Baumann aufgestellten Tabelle. *(Vereinszeitschr. 1892, 825.)*

II. Verwertung der Untersuchungsergebnisse der Zuckerhausarbeit.

Die vollständige Analyse der Produkte des Zuckerhauses gibt einerseits ein genaues Bild der Zusammensetzung dieser Stoffe und ermöglicht andrerseits eine Reihe von Schlüssen, nach welchen man die Arbeit im Zuckerhause regeln kann.

Schon erwähnt wurde die Berechnung der Sättigungsverhältnisse von Muttersirupen und Abläufen aus ihrem Wassergehalt und Polarisation, nach welchen man den vielfach noch ganz empirisch betriebenen Prozessen des Kochens und Kristallisierens eine wissenschaftliche Grundlage geben

kann, welche für die Ökonomie des Betriebes nur von Vorteil sein wird.

Ferner beruhen auf der Kenntnis des Wassergehaltes und der wahren Reinheit eine Anzahl von Ausbeute- und ähnlichen Berechnungen. So wurde schon erwähnt die Berechnung des Zuzuges von Ablaufsirup zur Dicksaftfüllmasse aus den Reinheiten der reinen Füllmasse (des Dicksaftes), der Mischfüllmasse und des Ablaufes, dann die Berechnung der Zusammensetzung der Füllmasse I ohne Sirupzuzug, ferner die Umrechnung der Polarisation des Ablaufes I auf die der reinen Füllmasse II aus den entsprechenden Trockensubstanzen, zum Zweck der Ausbeutebestimmung in dem Falle, wo die Füllmasse II mit Einwurf verkocht ist. Zur Berechnung des zu verdampfenden Wassers und der entstehenden Mengen Füllmasse beim Verkochen dienen folgende Formeln:

1. Berechnung der Gewichtsmenge Wasser (W), welche aus G kg Dicksaft (Sirup) von s Trockensubstanz verdampft werden muss, um Füllmasse von S Trockensubstanz zu geben

$$W = G\left(1 - \frac{s}{S}\right)$$

2. Berechnung der Menge (F) Füllmasse von S Trockensubstanz, welche aus G kg Dicksaft (Ablauf) von s Trockensubstanz entsteht

$$F = G \cdot \frac{s}{S}$$

Diese Formeln können sinngemäss auch für die Berechnung der Verhältnisse bei der Verdampfung dienen, für weniger genaue Rechnungen kann man an Stelle der wahren Reinheiten die scheinbaren Reinheiten einsetzen.

Für die Berechnung der Ausbeuten an Zucker und Füllmassen gelten folgende Formeln, wenn

F_t Z_t S_t = Trockensubstanz der Füllmasse, des Zuckers, des Sirups,

F_p Z_p S_p = Polarisation der Füllmasse, des Zuckers, des Sirups,

F_q Z_q S_q = (wahrer) Quotient der Füllmasse, des Zuckers, des Sirups,

x = gesuchte Ausbeute in Prozent bedeuten.

3. Nach Hulla-Suchomel

$$x = 100 \frac{F_t (F_q - S_q)}{Z_t (Z_q - S_q)}$$

4. Nach Schneider

$$x = 100 \frac{F_p - S_p}{Z_p - S_p}$$

5. Nach Neumann

$$x = 100 \frac{F_t - S_t}{Z_t - S_t}$$

(Die Formeln 4 und 5 sind nur brauchbar, wenn keine Verdünnung des Sirups beim Schleudern stattgefunden hat, Formel 3 ist allgemein anwendbar.) Aus diesen Formeln kann man z. B. den Einfluss der Reinheit der Füllmasse oder der Reinheit des Ablaufsirups auf die Zuckerausbeute feststellen.

Die Feststellung der wahren Reinheit und deren Vergleichung in den verschiedenen Produkten vom Dicksaft bis herab zur Füllmasse gibt ferner zu erkennen, in welchem Grade die Arbeitsmethoden eine gleichmässige Wirkung gehabt und den gewünschten Grad der Entzuckerung herbeigeführt haben. Aus den Bestimmungen der Asche und des organischen Nichtzuckers kann man ähnliche Schlüsse ziehen und aus dem abnormen Gehalt an Nichtzuckerstoffen oft die Gründe finden für gewisse abnorme Erscheinungen des Betriebes. Der Einfluss des Gehaltes an Asche, organischem

Nichtzucker und Kalk wird am deutlichsten erkennbar, wenn man die prozentischen Angaben von der Polarisation der betreffenden Substanz auf 100 Teile Polarisation umrechnet, man ersieht dann leichter, ob der Gehalt der Masse an diesen Stoffen normal oder anormal ist. Von nicht zu unterschätzender Bedeutung für die Beurteilung aller Produkte ist ferner das Verhältnis zwischen Asche und organischem Nichtzucker, da ein Zucker im allgemeinen umso wertvoller ist, je geringer die Menge des organischen Nichtzuckers im Verhältnis zu Asche ist. Da nach beendeter Saturation und Filtration eine Reinigung der Säfte und Füllmassen in keinerlei Weise mehr stattfindet, und im normalen Betriebe Nichtzucker beider Arten weder in nennenswertem Maasse ausgeschieden noch neu gebildet wird, so muss das Verhältnis zwischen Asche und organischen Nichtzucker vom Dicksaft ab in allen Stoffen innerhalb der Fehlergrenzen das gleiche bleiben.*) Man hat also dadurch zugleich ein Mittel an der Hand, um die Richtigkeit der Analysen oder der gezogenen Durchschnittsproben zu beurteilen. Wenn umgekehrt bei nachweislicher Richtigkeit der Proben und Untersuchungen eine Zunahme des organischen Nichtzuckers im Laufe der Zuckerhausarbeit aus der Berechnung dieses Verhältnisses hervorgehen würde, so würde das einen Beweis abgeben können für die Zerstörung von Zucker in dieser Arbeitsperiode. Jedoch dürfte dieses nur in ganz aussergewöhnlichen Fällen vorkommen.

Die Zusammenstellung aller für eine vollständige Untersuchung notwendigen Analysen zeigt folgende Übersicht,

*) Eine Ausnahme davon macht nur der Nachproduktzucker, welcher bei der Kastenarbeit gewonnen wird, da bei der langen Dauer der Kristallisation vermutlich Nichtzuckerstoffe mit dem Zucker auskristallisieren.

wobei vorausgesetzt ist, dass die betreffende Fabrik schon von der II. Füllmasse Melasse abschleudert und die Füllmasse II mit Einwurf verkocht. Ist letzteres nicht der Fall, so kann die Analyse des Ablaufes I fortfallen und dafür die der Füllmasse II durch Bestimmung des Aschengehaltes ergänzt werden. Für Fabriken, welche drei oder mehr Füllmassen erzeugen, wären auch die vollständigen Analysen dieser Füllmassen und des daraus gewonnenen Zuckers nötig.

Tabelle 35.

Zusammenstellung der wöchentlichen Untersuchungen einer Rohzuckerfabrik.

		Dick-saft	Füllm. I	Ablauf I	Füllm. II	Me-lasse	Zucker I. Prod.	Zucker II. Prod.
Pol.		53,4	82,1	57,9	66,2	49,2	96,6	92,3
Clerget				56,7		48,1		
Wasser		41,95	6,36	18,41	8,47	19,96	0,93	2,41
Asche		1,69	4,34	9,04			0,92	2,05
org. Nichtzucker		2,96	7,20	14,65			1,55	3,24
w. Reinh.		92,1	87,8	71,0	72,3	61,5	Rend.:	
							92,0	82,05
Alk. Phen.		0,046	0,075	0,140	0,130	0,140	0,016	0,023
„ Ros.		0,061	0,092	0,190	0,180	0,185	0,030	0,038
Kalk		0,093	0,22	0,48	0,55	0,52		
auf 100 Zucker	Asche	3,16	5,29	15,61			0,95	2,22
	org. Nichtzck.	5,54	8,77	25,30			1,60	3,51
	Kalk	0,17	0,27	0,83	0,83	1,06		
Verdünnungs-Methode	° Brix	58,8		84,2	94,1	83,4		
	Pol.	53,4		58,2	66,3	49,3		
	scheinb. Reinh.	90,8		69,1	70,5	59,1		
Verhältnis von Asche: org. Nichtzucker = 1:		1,75	1,66	1,62			1,68	1,58

E. Ausbeute- und Verlustberechnungen, Untersuchungspläne.

Beispiel einer Verlustberechnung

(zusammengestellt aus den Einzelberechnungen, siehe S. 292, 323, 363, 402, 404).

Eingeführt in den Rüben		**15,20 %**
Gewonnen: 12,50 % Zucker I von 96,0 Pol. = 12,00		
3,00 % Füllm. II von 65,0 Pol. = 1,95		**13,95 %**
Verlust		**1,25 %**
Davon nachgewiesen		
50 % Presslinge von 0,50 Pol. = 0,25		
140 % Ablaufwasser von 0,14 Pol. = 0,20		
8 % Schlamm I von 2,00 Pol. = 0,16		
1 % Schlamm II von 4,00 Pol. = 0,04		
600 % Fallwasser von 0,001 = 0,006		
zusammen nachgewiesen		**0,65 %**
nicht nachweisbar		**0,60 %**
Verlust in der Diffusion		
eingeführt in den Rüben		15,20 %
gewonnen 120 % Diffusionssaft von 12,13 Pol. =		14,55 %
Verlust in der Diffusion		**0,65 %**
davon nachgewiesen (siehe oben)	0,45 %	
nicht nachweisbar	0,20 %	
Verlust während der Saftverarbeitung . . .		**0,60 %**
davon nachgewiesen (siehe oben)	0,20 %	
nicht nachweisbar	0,40 %	

Verlustberechnung nach Aufarbeitung aller Produkte.

Eingeführt	**15,20** %
Gewonnen: 12,50 % Zucker I von 96,0 Pol. = 12,00	
0,95 % Zucker II von 92,0 Pol = 0,87	
2,25 % Melasse von 48,0 Pol. = 1,08	
zusammen gewonnen	**13,95** %
Verlust	**1,25** %

Ausbeuteberechnung einer Woche.

Verarbeitet 50000 dz Rüben.

a) Diffusionssaft.

Gewonnen: 56880 hl Diffusionssaft = 113,8 l auf 100 kg Rüben von 1,055 spez. Gew. = 60000 dz Diffusionssaft = 120 %.

b) Füllmasse I.

6250 dz Zucker I + 1500 dz Füllmasse II = 7750 dz Füllmasse I = 15,50 %; oder im ursprünglichen Zustande: $\frac{6250 \,.\, 0{,}96 + 1500 \,.\, 0{,}65}{0{,}82} = 8506$ dz = 17,01 %.

c) Zucker I.

6250 dz = 12,50 % a. R.
= 80,6 % der Füllmasse I.

d) Füllmasse II.

1500 dz = 3,00 % a. R.
= 19,4 % der Füllmasse I.

e) Zucker II.

475 dz = 0,95 % a. R.
= 31,7 % der Füllmasse II.

f) Melasse.

1125 dz = 2,25 % a. R.
= 75,00 % der Füllmasse II.

Untersuchungspläne.

Nach den Ausführungen des II. Teiles gestaltet sich der Arbeitsplan für ein Laboratorium, in welchem in Tag- und Nachtschicht Chemiker tätig sind, etwa wie folgt (je nach den besonderen örtlichen Verhältnissen und durch besondere Vorkommnisse werden einzelne Abänderungen nötig sein):

Tabelle 36.

Arbeitsplan für die Betriebskontrolle in Tag- und Nachtschichten.

Bezeichnung der Probe	Zahl der in jeder Schicht zu untersuchenden Proben	Gegenstand der Untersuchung
Frische Schnitzel	3 (bei Frostrüben usw. 6)	heisse wässrige Digestion, Doppelanalysen
Presslinge	3	heisse wässrige Digestion
Presswasser	6	Zuckergehalt
Ablaufwasser	6 (abwechselnd mit Presswasser)	„
Schlamm I	2	Zuckergehalt (Gesamt-)
Schlamm II	1	„ „
Fallwasser	1	Zuckergehalt
Alkalitätsbestimmungen und zwar:	4	—
Saft der I. Sat.	4	—
„ „ II. „	4	—
„ „ III. „ (gegen Phenolphtalein und Rosolsäure)	4	—
unsat. Dicksaft	4	—
saturierter Dicksaft (gegen Phenolphtalein und Rosolsäure)	4	—
Diffusionssaft	3 3—6	Spindlung einer Durchschnittsprobe scheinb. Quotient einer Einzelprobe

Bezeichnung der Probe	Zahl der in jeder Schicht zu untersuchenden Proben	Gegenstand der Untersuchung
Dünnsaft	2	scheinb. Quotient, Alkalität (gegen Phenolphtalein und Rosolsäure), Kalk
Dicksaft	1	„ „ „
Ablauf I	1	scheinb. Quotient, Alkalität
Melasse	1 Probe von jeder geschleuderten Maische oder Kasten	„ „ „
Zucker I	1	Polarisation (eventuell Asche und Alkalität)
Zucker II	1 Probe von jeder geschleuderten Maische oder Kasten	„ „ „
Füllmasse II	1 Probe jedes Suds beim Ausfüllen	scheinb. Quotient (Verdünnungsmethode)
Füllmasse III	„ „	„ „ „
Muttersirup der Nachproduktfüllmassen	je 1 Probe beim Ausfüllen, gegen Mitte der Kristallisationsdauer und vor Beginn des Schleuderns	„ „ „

Über Zahl und Gegenstand der vollständigen Untersuchungen von wöchentlichen Durchschnittsproben der Zuckerhausarbeit siehe die Angaben auf Seite 417.

Tabelle 37.

Arbeitsplan für Betriebskontrolle nur in Tagschichten.

Bezeichnung der Probe	Zahl der zu untersuchenden Proben		Gegenstand der Untersuchung
	aus der Nachtschicht	aus der Tagschicht	
Frische Schnitzel	—	3 (bei Frostrüben usw. 6)	wie in Tabelle 36

Bezeichnung der Proben	Zahl der zu untersuchenden Proben		Gegenstand der Untersuchung
	aus der Nachtschicht	aus der Tagschicht	
Presslinge	1	3	wie in Tabelle 36
Presswasser	1	6	„
Ablaufwasser	1	6	„
Schlamm I	1	2	„
Schlamm II	1	1	„
Fallwasser	1	1	„
Alkalitäts-bestimmungen wie in Tabelle 36	—	4	„
Diffusionssaft	—	3	Spindlung einer Durchschnittsprobe
	1	3—6	scheinb. Quotient einer Einzelprobe
Dünnsaft	—	2	wie in Tabelle 36
Dicksaft	1	1	„
Ablauf I	1	1	„
Melasse	1 Probe von jeder geschleuderten Maische usw.		„
Zucker I	1	1	„
Zucker II	1 Probe von jeder geschleuderten Maische usw.		„
Füllmasse II Füllmasse III	1 Probe jedes Suds beim Ausfüllen		„
Muttersirup der Nachproduktfüll-massen	je 1 Probe beim Ausfüllen, gegen Mitte der Kristallisationsdauer und vor Beginn des Schleuderns		„

Zu diesem Plan ist folgendes zu bemerken: Richtige Unterlagen für die Beurteilung der Verluste lassen sich durch chemische Kontrolle nur am Tage in den seltensten Fällen gewinnen; ein derartiger Zustand, welcher den betreffenden Fabriken mit grosser Wahrscheinlichkeit mehr Schaden ver-

ursacht als die Ersparnis beträgt, sollte eine Ausnahme sein. Die Rückstellung von Proben aus der Nacht zur Untersuchung am Tage hat nur einen beschränkten Wert und ist eigentlich nur dann angebracht, wenn in der Nachtschicht ein zuverlässiger Beamter zur Stelle ist, welcher die richtige und sachgemässe Entnahme dieser Proben überwacht. Aber auch dann wird immer noch die Gefahr vorliegen, dass etwa eingetretene höhere Verluste garnicht oder unvollständig in solchen Proben zum Ausdruck kommen. Für die Untersuchung der frischen Schnitzel nimmt man daher lieber den Durchschnitt der Tages-Untersuchungen an, was der Wirklichkeit nahe kommen wird, wenn die Art der verarbeiteten Rüben in beiden Schichten die gleiche ist, und nicht etwa am Tage immer nur frisch angefahrene, in der Nacht aber eingemietete Rüben verarbeitet werden. Die Rückstellung von Durchschnittsproben der Hauptabfallstoffe ist unumgänglich notwendig, weil bei der geringeren Aufsicht in der Nacht die Verluste meist höher sein werden als am Tage, ihr Wert unterliegt freilich den genannten Einschränkungen. Eine Durchschnittsprobe der Presslinge ist ohne weiteres 12 Stunden haltbar, ebenso die des Schlammes, man kann ausserdem beide zur Not unabhängig von den Arbeitern der betreffenden Station noch am Morgen entnehmen oder in der Nacht durch unparteiische Personen entnehmen lassen; von den Presslingen aus den beladenen Bahnwagen oder aus den Gruben, und vom Schlamm, den man auf einem bestimmten Punkt entladen lässt, von dem Schlammhaufen oder durch eine dritte Person aus den Schlammwagen. Vom Press- und Ablaufwasser, ähnlich auch vom Fallwasser, kann man durch automatische Probenahmevorrichtungen eine Durchschnittsprobe entnehmen (oder man

ist vielmehr geradezu in diesem Falle zur automatischen Probenahme gezwungen), nur muss für eine entsprechende Konservierung dieser Wässer Sorge getragen werden. Die Kästen zur Aufnahme der Durchschnittsprobe, welche man möglichst gross wählt, müssen vor allen Dingen vor Beginn der Nachtschicht durch Ausbürsten mit Kalkmilch gründlich gereinigt werden, ferner wäre vielleicht zu empfehlen, ein gemessenes Volumen Kalkmilch als Konservierungsmittel hineinzugeben, dessen Volumen man bei der Untersuchung entsprechend berücksichtigt; wegen des geringen Zuckergehaltes der Wässer wird man es aber meist vernachlässigen können, so z. B., wenn man 1 l Kalkmilch auf 100 l Ablaufwasser gibt. Die Probenahme des Fallwassers kann man durch eine unparteiische Person bewirken lassen. Vom Diffusionssaft kann man eine Einzelprobe kurz vor Beendigung der Nachtschicht nehmen. Die Probenahme von Dicksaft und Ablauf kann, da diese in grossen Kästen angesammelt werden, noch zu Beginn der Tagschicht mit einiger Genauigkeit geschehen, ähnlich steht es mit den Proben der Nachproduktfüllmassen und der Melasse. Die Probe des in der Nacht erzeugten Zuckers endlich nimmt man durch Probestecher aus den Säcken.

Die Untersuchungen verteilt man je nach ihrer Zahl in regelmässigen Abständen über die Schicht, wie dies für einen der Tabelle 36 entsprechenden Plan bei einer um 6 Uhr beginnenden Schicht im folgenden geschehen ist.

— Tabelle 38 siehe Seite 425. —

Tabelle 38.

Verteilung der Arbeiten des Laboratoriums.

Zeit	Untersuchungen
6 Uhr	Frische Schnitzel; Presslinge — Schlamm I u. II — Diffusionssaft — Dicksaft; Ablauf I; Melasse — Presswasser.
7 „	Dünnsaft — Ablaufwasser — Alkalitätsbestimmungen — Zucker I u. II.
8 „	Diffusionssaft — Presswasser — (Frische Schnitzel, falls diese 6 × zu untersuchen sind).
9 „	Ablaufwasser — Alkalitätsbestimmungen.
10 „	Diffusionssaft — Presswasser — Frische Schnitzel; Presslinge.
11 „	Ablaufwasser.
12 „	Diffusionssaft; Dünnsaft — Schlamm I — Presswasser — (Frische Schnitzel).
1 „	Ablaufwasser — Alkalitätsbestimmungen — Nachproduktfüllmassen und Muttersirupe.
2 „	Diffusionssaft — Presswasser — Frische Schnitzel und Presslinge.
3 „	Ablaufwasser.
4 „	Alkalitätsbestimmungen — Presswasser — Diffusionssaft — (Frische Schnitzel).
5 „	Fallwasser — Ablaufwasser.

Laboratoriums-Buchführung.

Über alle Untersuchungsergebnisse und Mengenbestimmungen muss man in der Weise Buch führen, dass man am Ende der Woche leicht die Durchschnitte und Summen ziehen kann und somit alle für die Verlustberechnung notwendigen Angaben sofort zur Hand hat. Für den in unseren Beispielen behandelten Fall würde z. B. folgende Einteilung vorzuschlagen sein:

A. Tagebuch der Verlust- und Ausbeutezahlen,
in welches die Zahlen (eventuell Durchschnittszahlen) jeder Schicht eingetragen werden.
Tabelle 39.

B. Zusammenstellung sämtlicher Analysenergebnisse
des Laboratoriums.
Tabelle 40.

C. Kontrolle der Nachproduktarbeit.
Tabelle 41.

III. Schluss.

Vorschläge für die einheitliche Ausführung vergleichender Untersuchungen und Verlustbestimmungen.

III. Schluss.

Wenn man Gelegenheit nimmt, die Litteratur nach Angaben über die Höhe der Verluste der Zuckerfabriken zu durchsuchen, so wird man zur Überraschung finden, dass solche Angaben äusserst selten sind. Sehr zahlreich zwar sind Angaben über Ausbeuteergebnisse der Fabriken in deren Jahres- und Geschäftsberichten zu finden, aber in diesen Fällen lässt sich niemals feststellen, auf welche Weise diese Ergebnisse gewonnen sind, und man kann daher nicht sagen, ob sie Vertrauen verdienen oder nicht. Leider kann man sich der Tatsache nicht verschliessen, dass diese Angaben in ihrer Mehrzahl nicht vertrauenswürdig sind, wie dies v. Lippmann wiederholt festgestellt hat. Es fehlt also fast ganz an praktischen Unterlagen für die wissenschaftliche Erkenntnis und Beurteilung der Verlustfrage, deren Lösung doch eine so ausserordentliche Bedeutung nicht allein für die Wissenschaft, sondern gerade auch für die Praxis des Betriebes hätte. Wir würden zweifellos in der Erkenntnis der Verluste und auch der Ursachen dieser Verluste viel weiter sein, wenn erst eine grössere Anzahl von zuverlässigen Angaben über die Höhe der Verluste vorlägen. Diese Angaben würden um so wertvoller sein, auf je gleichmässigere Weise sie gewonnen wären. Daraus geht ohne weiteres der

hohe Wert hervor, den die Annahme einheitlicher Vorschriften für die Ausführung von Verlustbestimmungen haben würde, selbst in dem Falle, dass man für einige Einzelheiten vielleicht streitig sein könnte, ob der vorgeschlagene Weg der beste wäre. Die Befolgung eines solchen einheitlichen Ganges der Bestimmung der eingeführten und der gewonnenen Produkte würde ausserdem nicht allein für die Ermittelung der Höhe der Verluste der Fabriken von Wert sein, sondern überhaupt in allen den Fällen, wo man die Arbeit einer Fabrik mit der einer anderen, oder die Arbeit derselben Fabrik nach mehreren verschiedenen Arbeitsweisen vergleichen will. Solche Vergleiche, die feststellen sollen, welche Arbeitsweise die vorteilhaftere ist, sind überhaupt nur möglich, wenn die chemische Betriebskontrolle einheitlich gehandhabt wird. Schliesslich sei noch darauf hingewiesen, welchen Nutzen in Veröffentlichungen usw. es bieten würde, wenn diese auf einer allgemein anerkannten Methode der Betriebskontrolle fussten; man würde einerseits sofort den Wert der analytischen Unterlagen der Arbeit beurteilen können, andrerseits könnte in der Arbeit die umständliche Beschreibung der befolgten Arbeitsweise unterbleiben — in gleicher Weise für Verfasser wie für Leser ein Gewinn! —

In dem vorliegenden Werk haben wir uns bemüht, die besten und vorteilhaftesten Methoden der Verlustbestimmung im einzelnen festzulegen, und die Gründe für die Wahl grade dieser Methoden angeführt, und glauben damit die Grundlagen ziemlich festgestellt zu haben, auf welchen eine einheitliche Ausführung vergleichender Untersuchungen beruhen müsste. Im folgenden seien diese Grundzüge in den wichtigsten Punkten noch einmal zusammengestellt und den Fachgenossen unterbreitet mit dem Vorschlage, sie in den Fällen, wo es

auf die tunlichst genaueste Feststellung der Verluste ankommt, oder zu Vergleichzwecken als Grundlagen anzunehmen.

a) Bestimmung des eingeführten Zuckers.

Mengenbestimmung der Rüben durch Verwiegen mittels sicherer Wägevorrichtungen unmittelbar vor dem Zerschneiden.

Analyse einer fortlaufend entnommenen Durchschnittsprobe durch die heisse wässrige Digestion.

b) Bestimmung des in der Diffusion gewonnenen Zuckers und der Verluste während der Diffusion.

α) Messung des Diffusionssaftes in besonderen Messgefässen, deren Inhalt durch Auswiegen festgestellt ist, mit Überlauf und Rückführung des überlaufenden Saftes in die Diffusion, unter Berücksichtigung der durchschnittlichen Temperatur und Schwere des Saftes.

Bestimmung des Zuckergehaltes durch sofortige Untersuchung von Einzelproben, deren Richtigkeit durch Spindlung einer Durchschnittsprobe kontrolliert wird.

β) Feststellung der bestimmbaren Verluste aus Menge der Presslinge, der Press- und Ablaufwässer und dem Zuckergehalte dieser Stoffe, im besonderen:

Verwiegung der Presslinge, Untersuchung von fortlaufend entnommenen Durchschnittsproben durch heisse wässrige Digestion; Schätzung der Menge der Press- und Ablaufwässer, beruhend auf wiederholter Messung dieser Wässer, Untersuchung von automatisch ent-

nommenen Durchschnittsproben der Abfallwässer auf Zucker.

c) Bestimmung der Verluste während der weiteren Saftverarbeitung.

α) Berechnung der Menge des Schlammes aller Saturationen aus Zahl und durchschnittlichem Schlammgewicht der entleerten Pressen, kontrolliert durch die Menge des verbrauchten Kalkes; Untersuchung einer Durchschnittsprobe auf Gesamt-Zucker.

β) Feststellung des Zucker-Verlustes durch Tücherwechsel in Dünn- und Dicksaftfiltern aus der Zahl der gewechselten Tücher und der Menge Saft, welche ein Tuch durchschnittlich zurückhält.

γ) Berechnung der Menge des Fallwassers, soweit nicht direkte Feststellung nach der Leistung der Pumpen möglich ist, aus Menge und Temperatur der Brüden und Temperatur des Einspritz- und Fallwassers; Zuckerbestimmung durch Polarisation einer eingeengten Durchschnittsprobe.

d) Bestimmung der gewonnenen Produkte.

α) Berechnung der wöchentlichen Ausbeute als Summe des Erstproduktzuckers und der Füllmasse II; im besonderen:

Verwiegung des gesackten Zuckers, Polarisation einer Durchschnittsprobe,

Messung der Füllmasse II, bei gleichzeitiger Bestimmung ihres spezifischen Gewichtes in der Wärme (Reste unverkochten Ablaufes werden auf Füllmasse II umgerechnet), Polarisation einer Durchschnittsprobe.

Bei Verkochen der Füllmasse II mit Einwurf ist für den Zuckergehalt die Untersuchung einer Durchschnittsprobe des Ablaufes I massgebend.

β) Berechnung der Kampagne-Ausbeute als Summe sämtlicher Zuckerprodukte und der Melasse unter Berücksichtigung von deren Zuckergehalt; Ausführung sinngemäss wie unter α.

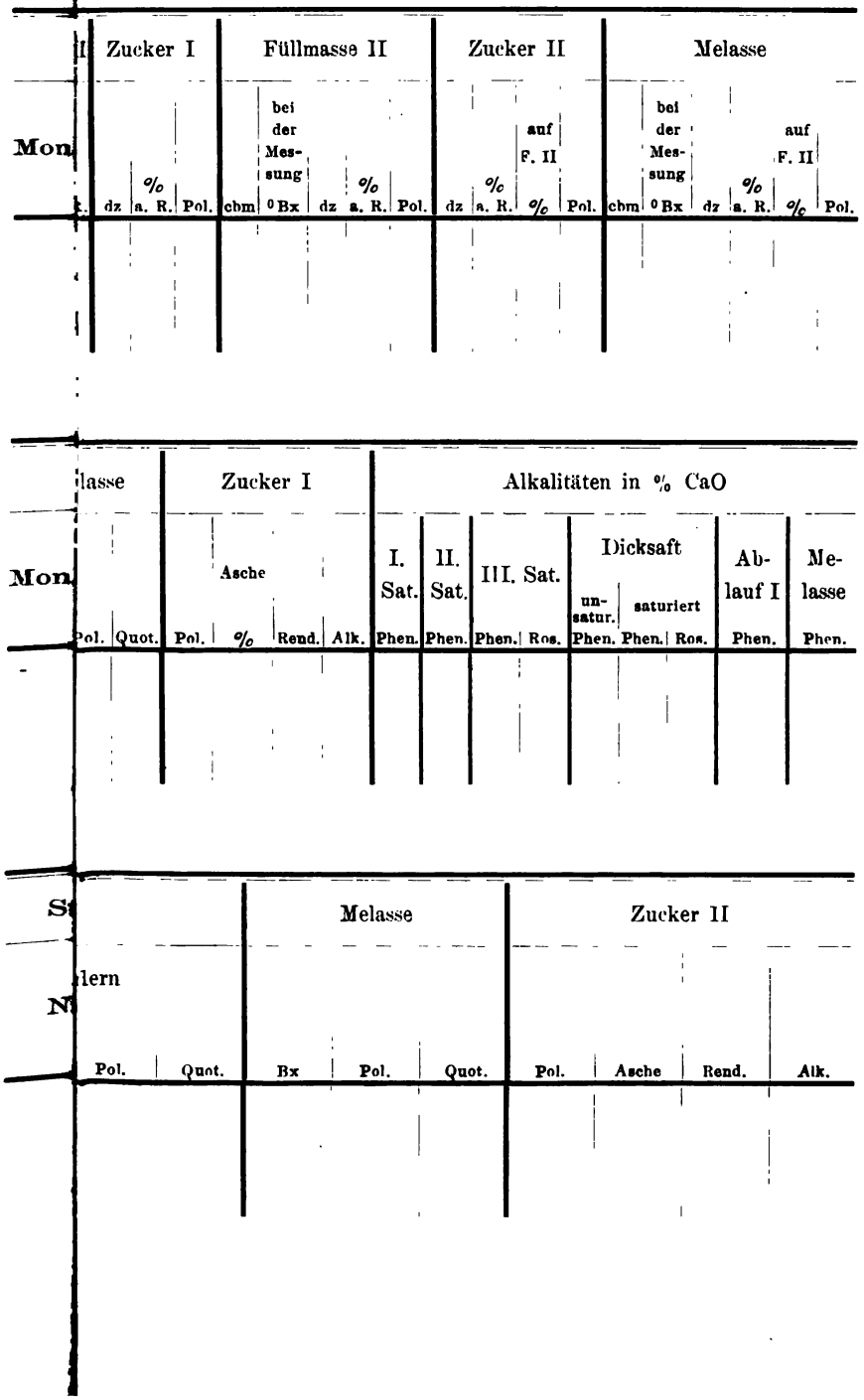
Die Darstellung einer nach diesen Grundsätzen festgestellten Verlustbestimmung könnte sich dann auf wenige Angaben beschränken.

Der verarbeiteten Rüben	Gewicht dz : Polarisation :
Diffusionssaft	Gewicht dz : Polarisation :
Presslinge	Gewicht dz : Polarisation :
Presswasser	% auf Rüben: Polarisation :
Ablaufwasser	% auf Rüben: Polarisation :
Schlamm I	% auf Rüben: Polarisation :
Schlamm II	% auf Rüben: Polarisation :
Fallwasser	% auf Rüben: Zuckergehalt:
Zucker I	Gewicht dz : Polarisation :
Füllmasse II	Gewicht dz : Polarisation :

Zu diesen Angaben kämen vielleicht noch, den Vorschlägen von Fr. Sachs folgend, Angaben über die Reinheit des Diffusionssaftes, der Füllmasse I und II und des Rendements des Zuckers I, wobei die vollständige Analyse der Füllmasse I zur Bestätigung der Analyse der Füllmasse II (gleiches Verhältnis zwischen Asche und org. Nichtzucker!) dient.

Es würde einen grossen Fortschritt für die wissenschaftliche Erkenntnis der Verluste bedeuten, wenn sich eine Anzahl derjenigen Fabriken, in welchen eine nach den entwickelten Grundsätzen durchgeführte Verlust-Kontrolle besteht, entschliessen könnte, diese Angaben, aus denen sie selbst zweifellos den grössten Nutzen ziehen, der Allgemeinheit nutzbar zu machen, indem sie diese alljährlich, analog dem angeführten Schema, veröffentlichten; am besten so, dass man das Ergebnis jeder einzelnen Betriebswoche erkennen kann. Dass aus solchen Veröffentlichungen, bei welchen der Name der betreffenden Fabrik garnicht genannt zu werden brauchte, irgend welche Schädigungen oder Nachteile für die Fabrik hervorgehen könnte, ist auf keine Weise einzusehen. Unberechenbar wäre hingegen der Nutzen der Veröffentlichung von Ausbeute- und Verlustergebnissen, welche auf einwandfreie Weise ermittelt sind, für die Allgemeinheit. Hier liegt noch immer der Weg offen, den vor 30 Jahren, als die chemische Betriebskontrolle erst im Entstehen begriffen war, Scheibler einschlug, und der, zum Schaden der Industrie, sobald wieder verlassen wurde. Es liegt an der Industrie, ihn wieder aufzunehmen und damit selbst den wichtigsten Schritt zur immer weiteren Erkenntnis der Zuckerverluste zu tun.

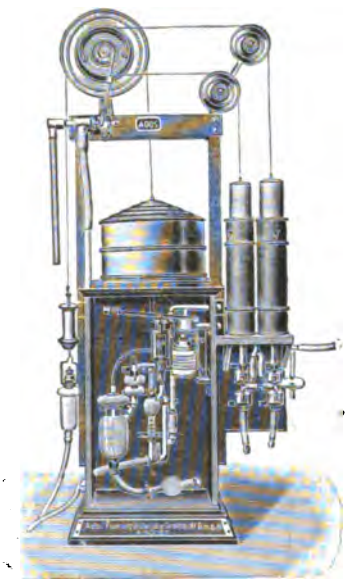
JAN 2 6 1916


Zucker I
Füllmasse II
Zucker II
Melasse
Mon
bei der Mes-sung
auf F. II
%
dz
a. R.
Pol.
cbm
° Bx
lasse
Alkalitäten in % CaO
Asche
I. Sat.
II. Sat.
III. Sat.
Dicksaft
un-satur.
saturiert
Ab-lauf I
Me-lasse
Quot.
Rend.
Alk.
Phen.
Ros.
Bx
Zucker II
Asche

Gas-Untersuchungs-Apparat „ADOS“

D. R.-P. 125 470.

Zur Kontrolle von Dampfkesseln, Saturationsgasen etc.



Der Apparat arbeitet selbsttätig und registriert CO_2 fortlaufend.

An Zuckerfabriken und Raffinerien über 100 Apparate geliefert.

ADOS Ges. m. beschr. Haftung

= AACHEN. =

Bromberger Maschinenbauanstalt

in **Prinzenthal** bei Bromberg

baut als Spezialitäten

Maschinen und Apparate für Zuckerfabriken.

Rübenschnecken, Hubräder, zum Heben von Rüben und Schmutzwasser oder beider.

Rübenwäschen mit automatischer Betätigung der Ablässe, D. R.-Patent.

Rübenschwanzfänger, Pülpefänger, D. R.-G.-M. u. D. R.-Patent.

Schnitzelmaschinen, Messerkästen, Schnitzelmesser nebst allen Zubehörteilen.

Patent-Schnitzelpressen und Umbau alter Pressen, in Deutschland, Frankreich, Oesterreich und Nordamerika mit ganz hervorragendem Erfolge im Betriebe.

Anwärmeapparate, Scheidepfannen, Trockenscheideapparate mit Zirkulationsvorrichtungen, D. R.-P.

Abraham-Sandfilter, zur Filtration von Dünn- und Dicksäften, Melassen, Abläufen und zur Wasserreinigung.

Kalkmilchbereitungsanlagen, Löschtrommeln mit Siebapparaten eigenen Systems.

Transportanlagen jeder Art und jeden Umfanges.

Rübenelevatoren, Rübentransporteure, ganz in Eisen, nach eigenem System oder mit Kautschukgurt.

Rechentransporteure, Kratzertransporteure, für Rüben, Kohlen etc.

Bandtransporteure für Kohle und stückige Güter und fahrbaren Abwurfwagen.

Transportschnecken jeder Art und Grösse, als volle Schnecken oder Bandspiralen.

Hängebahnanlagen, als Schienenbahnen oder Seilbahnen für Hand- und Kraftbetrieb, mit Wagen jeder Form.

Fahrstühle und Aufzüge für Last- und Personenbeförderung, ausgeführt nach den neuesten gesetzlichen Bestimmungen.

Einrichtung älterer Fahrstühle, entsprechend den gesetzlichen Vorschriften.

Transmissionsanlagen und Transmissionsteile.

Wellen, Kuppelungen, Stellringe, Sohlplatten, Mauerkasten, Wandkonsolen, Riemscheiben, Seilscheiben, Zahnräder.

Hartzerkleinerungs- und Aufbereitungsanlagen.

Kohlenbrecher, Cokebrecher, Kalksteinbrecher, Chamotte- und Gypsbrecher nebst Sortiervorrichtungen, Sack- und Wiegeapparaten.

Eisenkonstruktionen und Blechschmiedearbeiten.

Eiserne Dächer, Wellblechdächer, eiserne Gebäude, Reservoire und Behälter jeder Form und Grösse.

R. Pzillas & Söhne

Eisengiesserei, Maschinenfabrik u. Kesselschmiede

— **Brieg,** Bez. Breslau —

empfehlen ausser ihren bekannten und bewährten

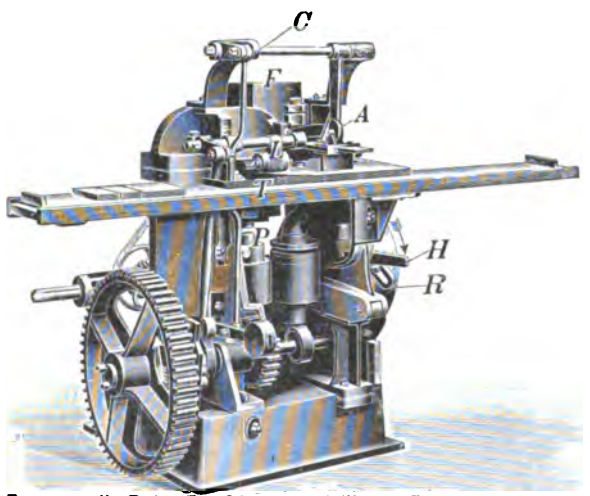
Würfelzuckermaschinen

Presse mit rotierendem Tisch (D. R.-G.-M.) zur Erzeugung von Platten, Streifen, Würfeln, Patronen, Dominos (durch Formenwechsel), mit selbsttätiger Ablegevorrichtung in Abständen. Stärken der Stücke beliebig von 10—40 mm verstellbar. **Beste Maschine der Gegenwart.**

Knippmaschinen (D. R.-G.-M.), kontinuierlich arbeitend, mit der Vorrichtung zur Verpackung in Kisten oder Papierkartons früheren oder neuesten Musters.

Sägen neuester Konstruktion (D. R.-G.-M.), kontinuierlich arbeitend, zum Schneiden von Segmenten, Broten oder Platten in Streifen.

Trocken-Apparate zum Trocknen von Zuckerplatten und -streifen horizontaler und vertikaler Anordnung, kontinuierlich arbeitend.



PRESSE FÜR PLATTEN, STREIFEN, WÜRFEL, PATRONEN, ODER DOMINOS MIT SELBSTTHÄTIGER ABLEGEVORRICHTUNG IN ABSTÄNDEN

Raumbedarf: 2600 mm lang, 1600 mm breit, 1700 mm hoch. Tausende von Maschinen im Betriebe grösster in- und ausländischer Raffinerien.

Ia. Referenzen. **Kostenanschläge gratis.**

Maschinenfabrik für die Zucker-Industrie

— Gegründet 1878. —

General-Depots und Vertreter im Auslande.

Special-Fabrikation:

Condenstöpfe. | **Vorwärmer.**

Cylinder-Entwässerungs-Apparate. | **Graphit-Öl-Schmierpressen** D. R.-Pat.

Saft-Control-Apparate für Dünn- und Dicksäfte.

Heizdampfdruck-Regulatoren für Saftkocher.

Saftstandregler für Saftkocher.

Concentrations-Regulirapparate für Dicksäfte.

Saftzuführungs-Apparate für Dicksaftpumpen.

Diffusions-Control-Apparate.

Flüssigkeits-Ableiter
für unter „Luftleere" stehende Verdampfapparate etc.

Betriebssichere Calorisatoren
— eigene Construction — für Diffusions-Batterien.

Schwimmer-Ventile
— positiv und negativ arbeitend —
für stehende und liegende Gefässe, Dünnsaftkästen
Speisewasserkästen etc.

G. A. Schultze

Berlin-Charlottenburg

Charlottenburger Ufer 53/54.

(Begr. 1850.)

Thermometer

für alle techn. Zwecke
Thermo-Saccharimeter
und **Aräometer** etc.

Feuerungs-Kontroll-Apparate

mit und ohne „Registrierung"
zur kontinuierlichen Aufzeichnung von
Kesselzug, Kohlensäuregehalt und Temperatur
der Rauchgase.

Unterdruckmesser und **Differenz-Zugmesser.**

Rauchgas-Analysatoren.

— Quecksilber-Pyrometer —

bis 550° C.

Thermoelemente

bis 1600° C.

Beste Referenzen.

Viele Auszeichnungen.

Man fordere

Beschreibung und Preislisten.

REGISTRIRENDER RAUCHGAS-ANALYSATOR
MIT GEÖFFNETER CAMERA.

Fr. Timme & Co.

= Braunschweig. =

Technisches Geschäft.

Spezial-Geschäft für Zuckerfabriken, Brauereien und Brennereien etc.

Telegrammadresse: „*Timmeco.*“ — *Fernsprecher:* *No. 53.*

Elektrische Beleuchtungs-Anlagen.

LAGER
von sämtlichen technischen Gummi-Artikeln, Schmier-Apparaten, Lederriemen, Baumwoll- und Kameelhaarriemen etc.

Apparate, Geräte und Utensilien für chemische Laboratorien.

Lager und Fabrikation von Zucker-Exportsäcken, Schnitzelsäcken, Filterpressstoffen in Drell, Jute, Baumwolle etc.

R. & H. Vorster

= Hagen i. W. =

empfehlen ihre vorzüglich bewährten Vervollkommnungen der Schnitzelmaschine:

Doppelmesserkasten

mit flachliegendem Vor- und Nachschneidemesser.

Messerkasten

für gewöhnliche einschneidige Messer, mit Segmentstellung für Vorlage und Messersitz.

Deckelstücke

mit konischem Gehäuse zum Festlagern und Anpressen der Rüben gegen die Messer.